

**SICHTBARMACHUNG DER MAGNETISCHEN
BEREICHSTRUKTUREN SYNTHETISCHER UND
NATÜRLICHER TITANOMAGNETITE
MIT DEM MAGNETOOPTISCHEN KERR-EFFEKT**

Viktor Hoffmann

Disbui. München

1988

Sichtbarmachung der magnetischen Bereichsstrukturen

synthetischer und natürlicher Titanomagnetite

mit dem magnetooptischen Kerr - Effekt

Inaugural - Dissertation

zur

Erlangung des Doktorgrades

der

Fakultät für Geowissenschaften

der

Ludwig - Maximilians - Universität

München

vorgelegt

von

Viktor Hoffmann

am

07.06.1988

1. Berichterstatter: Prof. Dr. H. C. Soffel
2. Berichterstatter: Priv. Doz. Dr. E. Schmidbauer

Tag der mündlichen Prüfung: 31. 10. 1988

Inhaltsverzeichnis

Seite

1	Einleitung.....	1
2	Möglichkeiten und Grenzen der Bitter - Technik.....	5
2.1	Wichtige magnetische Minerale.....	5
2.2	Oberflächenpräparation.....	9
2.3	Methode der Bitter'schen Streifen.....	11
2.3.1	Grundlagen.....	11
2.3.2	Anwendungsbereich der Bittertechnik.....	13
2.3.3	Grenzen der Bittermethode.....	14
3	Mineralogische und magnetische Eigenschaften der Proben.....	17
3.1	Synthetische und natürliche Titanomagnetite.....	17
3.2	Hämatit.....	18
4	Eine neue Feinstpolitur - kolloidale Suspension von amorphem SiO_2	20
4.1	Politur und Problemstellung.....	20
4.2	Politurmittel.....	21
4.3	Präparationstechnik mit OP - S / Syton.....	27
4.4	Qualität der Oberfläche.....	30
4.4.1	Auflichtmikroskop.....	30
4.4.2	Rauhigkeitsmessungen.....	31
4.4.3	Laue - Aufnahmen.....	36
4.4.4	Transmissionselektronenmikroskopie.....	39
4.4.5	Bitter - Methode.....	39
4.4.6	Kerndrehung, Kerrelliptizität.....	46
4.5	Funktionsweise der Feinstpolitur.....	47
4.6	Güte der Syton / OP - S polierten Oberfläche - Vergleich mit Ionenpolitur.....	51
4.7	Konsequenzen der Feinstpolitur.....	54
4.7.1	Vereinfachung und Verbesserung der Bittertechnik.....	54
4.7.2	Voraussetzung zur Anwendung der Kerntechnik.....	56

5	Sichtbarmachung magnetischer Domänen mit dem magnetooptischen Kerr - Effekt.....	57
5.1	Grundlagen der Kerr - Technik.....	57
5.1.1	Theorie des Kerr - Effektes.....	57
5.1.2	Beobachtung mit Kerr - Effekt.....	59
5.2	Die Kerr - Apparatur.....	64
5.2.1	Die Gerätekomponenten.....	64
5.2.1.1	Mikroskop und Beleuchtung.....	66
5.2.1.2	Elektronische Kamera und digitales Bildverarbeitungssystem.....	68
5.2.1.3	Magnetisierungsstände.....	69
5.2.1.4	Stabilitätsanforderungen.....	71
5.2.2	Verstärkung des Kerr - Kontrastes durch digitale Bildverarbeitung.....	72
5.2.3	Grenzen und Möglichkeiten des Systems.....	74
6	Anwendung des magnetooptischen Kerr - Effektes an synthetischem und natürlichem Titanomagnetit.....	76
6.1	Materialspezifische Problematik.....	76
6.1.1	Dispersion von Kerrdrehung und Kerrelliptizität.....	76
6.1.2	Probenqualität.....	78
6.1.3	Sättigungsmagnetisierung.....	80
6.1.4	Grösse und Struktur der Domänen.....	82
6.2	Beispiele für die erfolgreiche Durchführung des longitudinalen Kerr - Effektes.....	84
6.2.1	Herstellung der Proben.....	85
6.2.2	Magnetit und synthetische Titanomagnetite.....	86
6.2.3	Natürliche Titanomagnetite.....	93
6.2.4	Erste Anwendung der Kerrtechnik am Hämatit.....	95
7	Die Leistungsfähigkeit der Kerr - Technik.....	99
7.1	Erste Ergebnisse der Beobachtung mit dem longitudinalen Kerr - Effekt.....	99
7.2	Blick in die Zukunft.....	102
8	Zusammenfassung.....	105

Symbole und Einheiten.....	107
Anhang.....	109
Literaturverzeichnis.....	113
Danksagung.....	121
Lebenslauf.....	123

1. Einleitung

Im Gesteinsmagnetismus werden die magnetischen Parameter und Prozesse studiert, welche für den Erwerb einer remanenten Magnetisierung sowie für deren Stabilität von Wichtigkeit sind. Die Kenntnis hierüber ist von fundamentaler Bedeutung bei der Qualitätsbeurteilung paläomagnetischer Daten.

Eine Aufgabe der Forschung besteht somit darin, die Zusammenhänge zwischen der magnetischen Bereichsstruktur, der Partikelgrösse und den makroskopischen, magnetischen Eigenschaften (zum Beispiel thermoremanente Magnetisierung, TRM, Koerzitivkraft, H_c , u. a.) zu erkennen. Versuche werden in erster Linie an natürlichem Material, aber auch an synthetischen Proben durchgeführt.

Als signifikantes Ergebnis zeigt sich nicht nur eine Abhängigkeit der makroskopischen, magnetischen Eigenschaften von der Partikelgrösse, sondern auch von der Bereichsstruktur (selbst wiederum korngrossenabhängig). Die spontane Magnetisierung und die Anisotropieenergie des jeweiligen Materials spielen hier eine entscheidende Rolle. Letztere zeigen bei ein und demselben Stoff Schwankungen und Inhomogenitäten. Grund hierfür sind Variationen der chemischen Zusammensetzung, sowie besonders auch interne Spannungen.

Aus diesen Gründen ist es notwendig, die magnetische Mikrostruktur direkt zu analysieren, also auch die Domänenstrukturen sichtbar zu machen und zu interpretieren, sowie Magnetisierungszustände und Prozesse zu beobachten.

Vor rund 25 Jahren wurde in der Gesteinsmagnetik mit der Beobachtung magnetischer Bereichsstrukturen begonnen, zuerst an natürlichem Magnetit. Später dehnte man die Untersuchungen auf Titanomagnetite, die wichtigsten Träger der Magnetisierung in Basalten, aus. Dazu kamen noch magnetische Eisensulfide, so der Magnetkies, der als Träger remanenter Magnetisierung in Sedimenten

und schwach metamorphen Gesteinen auftritt (Soffel, 1963, 1964, 1968a, 1968b, 1977a, 1981).

Alle mir bekannten bisherigen Studien der Bereichsstruktur gesteinsmagnetisch wichtiger Minerale verwenden die Bitter - Streifen Methode (hierzu auch Halgedahl, 1987a). Diese Technik, die experimentelle Durchführung sowie deren Möglichkeiten und Grenzen werden in einem kurzem Abriss in Abschnitt 2 beschrieben.

Ein wichtiger Punkt bei der Anwendung der Bitter-Technik ist die geeignete Präparation der Oberfläche, zumal man es in der Gesteinsmagnetik häufig mit besonders (spannungs-) empfindlichem Probenmaterial zu tun hat. Diese Problematik zeichnet im Wesentlichen dafür verantwortlich, dass bisher die Anwendung anderer Techniken zur Sichtbarmachung der magnetischen Mikrostruktur nicht gelang. Erstmals in der Gesteinsmagnetik ist es im Rahmen der vorliegenden Arbeit gelungen, Domänenbeobachtungen mit dem magnetooptischen Kerr-Effekt mit Erfolg durchzuführen (Hoffmann et al., 1987a, 1987b, 1988).

Ihrer wichtigen Stellung Rechnung tragend werden in dieser Studie bevorzugt die Titanomagnetite behandelt.

Der Hämatit, der als Remanenzträger vor allem in Sedimenten bedeutsam ist, wird am Rande angeführt. Dessen Bereichsstruktur kann mit der Bitter - Technik aufgrund der sehr niedrigen Sättigungsmagnetisierung nur äusserst schwierig beobachtet werden.

Die zur Verwendung gekommenen Proben und deren wichtigste Eigenschaften werden in Abschnitt 3 beschrieben.

Abschnitt 4 befasst sich ausführlich mit einer entscheidenden Voraussetzung zur erfolgreichen Anwendung der Kerr-Technik: es ist eine deutlich bessere Qualität der Probenoberfläche erforderlich als sie mit der klassischen Ionenpolitur erreicht werden kann. Diese Tatsache machte die Suche nach einer völlig neuen Feinstpolitur notwendig. Das Ziel wird mit einer kolloidalen

Suspension von amorphem SiO_2 erreicht (Hoffmann et al., 1987b). Diese Politur findet seit rund 2 Jahrzehnten in der Halbleiterindustrie hauptsächlich zur Feinstpräparation von Si-Scheiben ihre Anwendung (US Patent, 1965, UK Patent, 1967).

Der Beschreibung des Politurmittels sowie der Präparationstechnik folgt eine ausführliche Charakterisierung der erreichten Güte der Probenoberfläche. Ein interessantes Untersuchungsobjekt stellt die Wirkungsweise der Politur mit amorphem SiO_2 dar. Obwohl diese Technik in der Industrie bereits seit rund 25 Jahren bekannt ist und seitdem routinemässig betrieben wird, steht die Wirkungsweise der Politur noch in der Diskussion. Es soll versucht werden, einige Aspekte zur Klärung dieser Frage beizutragen. Im Anschluss an einen kurzen Vergleich mit der Ionenätzung folgt eine Darstellung der wesentlichen Vorteile, welche die neue Feinstpolitur in der Praxis bietet.

Alle weiteren Abschnitte widmen sich der Technik des magnetooptischen Kerr-Effektes zur Sichtbarmachung der Weiss'schen Bezirke. Die Untersuchungen wurden an der Kerr-Apparatur des Instituts für Werkstoffwissenschaften VI der Universität Erlangen durchgeführt. Den Kern dieser Apparatur und zugleich das zweite Standbein für die erfolgreiche Anwendung des Kerr-Effektes an Titanomagnetiten stellt ein digitales Bildverarbeitungssystem dar (Schmidt, 1986). Abschnitt 5.2 befasst sich ausführlich mit dem Aufbau und der Arbeitsweise dieser Apparatur. Voraus geht eine kurz gehaltene Einführung in die Theorie des magnetooptischen Kerr-Effekts.

Bisher wurden am Institut für WW VI in Erlangen vorwiegend technisch wichtige Materialien untersucht. In der Gesteinsmagnetik hat man es meistens mit Spinell-Ferriten zu tun, dazu kommen noch Orthoferrite (Hämatit). An Mineralen mit derartig komplizierten kristallographischen und magnetischen Eigenschaften stellt sich die kontrastreiche Sichtbarmachung der Domänen erheblich komplizierter dar. Als besonders problematisch erwiesen sich die niedrige Sättigungsmagnetisierung und die Dispersion von Kerrdrehung und Kerrelliptizität. Den damit verbundenen Schwierigkeiten

und deren Lösung widmet sich Abschnitt 6.1 . Daran anschliessend wird die erfolgreiche Durchführung des Kerr-Effekts an Titanomagnetiten (und Hämatit) anhand einiger Beispiele demonstriert.

Das folgende Kapitel 7 versucht in einigen Aspekten die praktische Leistungsfähigkeit der Magnetooptik und zugleich den Nutzen, welchen die Gesteinsmagnetik zukünftig daraus ziehen kann, herauszustellen.

2. Möglichkeiten und Grenzen der Bitter - Technik

In der Physik existieren einige Möglichkeiten, magnetische Bereichsstrukturen optisch sichtbar zu machen. Als klassische Methoden sind die Technik der Bitter'schen Streifen und die Magneto-optik bekannt. In neuerer Zeit kamen noch Techniken dazu, die mit Elektronen arbeiten, so Lorentz - Mikroskopie (Chapman, 1984), Elektronen - Holographie (Tonomura, 1983) oder spinpolarisiertes Rasterelektronenmikroskop (Koike und Hayakawa, 1984; Pierce, 1987). Mir ist nur eine einzige Anwendung der Lorentz - Mikroskopie bekannt, welche für die Gesteinsmagnetik von Bedeutung ist. Hierbei gelang es Smith (1980) die Domänen des Magnetits sichtbar zu machen. Die speziellen Eigenschaften der Titanomagnetite ließen bisher nur die Bitter - Technik zur Domänenbeobachtung zu. Diese Tatsache bedarf grundsätzlich einer Erläuterung, weil sie zugleich die Motivation für diese Arbeit darstellt.

2.1 Wichtige magnetische Minerale

Die weitaus bedeutendste Mineralgruppe im Rahmen der Gesteinsmagnetik repräsentieren die Titanomagnetite. Sie werden durch folgende Formel dargestellt:



Im ternären System $\text{FeO} - \text{TiO}_2 - \text{Fe}_2\text{O}_3$ bilden sie die Mischreihe mit den Endgliedern Fe_3O_4 (Magnetit) und Fe_2TiO_4 (Ulvöspinell). Die Titanomagnetite sind durchwegs ferrimagnetisch und kristallisieren in der inversen Spinell-Struktur (kubisch flächenzentriertes Gitter). Abb. 2 gibt die Gitterkonstante und die Curie-Temperatur in Abhängigkeit vom Titan-Gehalt wieder.



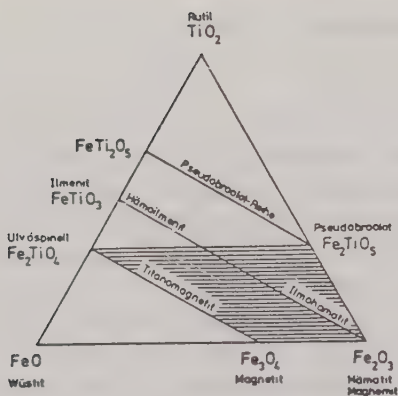
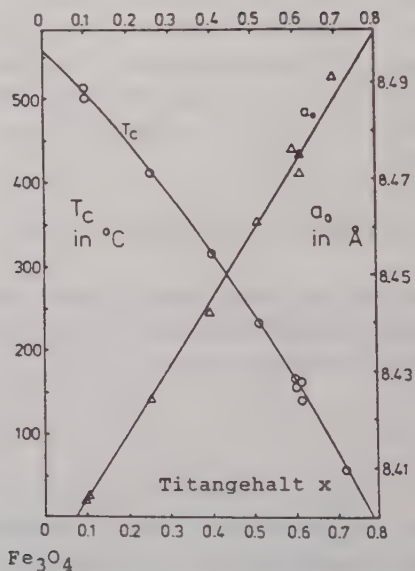


Abb. 1: Ternäres System
 $\text{FeO} - \text{Fe}_2\text{O}_3 - \text{TiO}_2$
 (nach Bleil,
 1973).

Abb. 2: Gitterkonstante und
 Curietemperatur der
 Titanomagnetite
 (aus Appel, 1983).



Wichtig für das weitere Verständnis ist vor allem die Sättigungsmagnetisierung. Titanomagnetite enthalten zwei- und dreiwertige Eisenionen, die unterschiedliche magnetische Momente besitzen (4 bzw. 5 Bohr'sche Magnetonen). Ihre Verteilung auf die beiden Untergitter bestimmt den Betrag der Sättigungsmagnetisierung (Ti^{4+} hat kein magnetisches Moment). Mit zunehmendem Ti-Gehalt ist daher eine Abnahme der Sättigungsmagnetisierung zu erwarten.

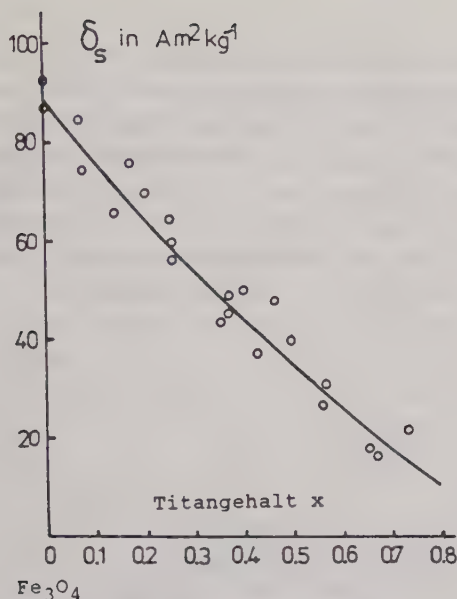
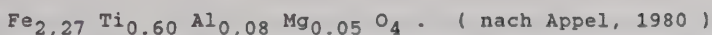


Abb. 3: Spezifische Sättigungsmagnetisierung der Titanomagnetite (nach Akimoto et al., 1957).

Die magnetischen Eigenschaften natürlicher Titanomagnetite werden zusätzlich sehr stark vom chemischen Reinheitsgrad, sowie vom Grad der Oxidation (Stöchiometrie) beeinflusst. In der Natur findet man neben Fe und Ti vor allem Al und Mg in der Spinellstruktur eingebaut. Als typische Zusammensetzung zeigt sich in ozeanischen Tholeiiten unter Vernachlässigung anderer Ionen



An dieser Stelle muss vor allem die hohe Spannungsempfindlichkeit der Titanomagnetite erwähnt werden, da sie nicht nur die Ausbildung der Bereichsstrukturen entscheidend beeinflusst, sondern auch die Sichtbarmachung erheblich erschwert. Ausführlich wird diese Problematik von Appel (1983) diskutiert. Es soll eine kurze Zusammenfassung der wichtigsten Fakten genügen. Etwas vereinfacht ergibt sich die Vorzugsrichtung der Magnetisierung aus dem Zusammenwirken von Kristallanisotropieenergie (E_K) und Spannungsanisotropieenergie (E_σ), genauer aus der minimalen Gesamtenergie der Summe der beiden. Im Normalfall ist die Magnetisierungsrichtung durch E_K allein gegeben (bei Ferriten

kubische Anisotropie). Für die Titanomagnetite stellt sich dies jedoch komplizierter dar. Allgemein ist E_K vorwiegend von der Kristallanisotropiekonstanten K_1 und E_σ von den Magnetostriktionskonstanten λ_s , λ_{110} und λ_{111} sowie den auftretenden Spannungen σ_i bestimmt. Aus Abb. 4 erkennt man, dass bei höheren Titangehalten die Bereichsstruktur vorwiegend von Spannungen dominiert wird (hohe Werte der Magnetostriktionskonstante). Die Kristallanisotropie tritt als bestimmender Faktor zurück.

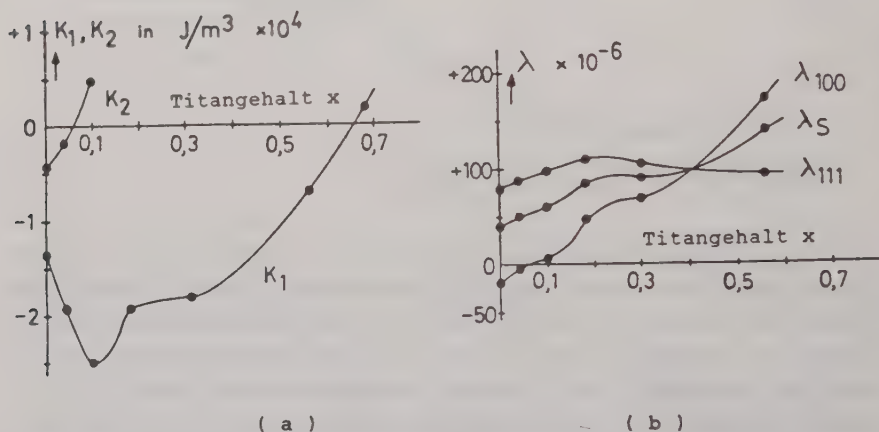


Abb. 4a, b: a) Kristallanisotropiekonstante K_1 (und K_2) und b) Magnetostriktionskonstanten λ_{110} , λ_{111} und λ_s in Abhängigkeit vom Titangehalt x bei 290 K. (aus Syono, 1965)

Dies bedeutet in der Praxis, dass Titanomagnetite äusserst empfindlich auf Spannungseinwirkungen von aussen reagieren. Besonders bei der Oberflächenpräparation stellt sich diese Tatsache als sehr nachteilig heraus (Abschnitt 2.2).

Das ternäre System (Abb. 1) zeigt noch weitere Mischreihen, darunter die von $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (Hämatit) nach FeTiO_3 (Ilmenit). Als Remanenzträger ist vor allem der Hämatit von Bedeutung. Tabelle 1 zeigt die wichtigsten kristallographischen und magnetischen Daten.

$\alpha - \text{Fe}_2\text{O}_3$, Hämatit

Kristallsystem	: Rhomboedrisch
Magnetische Struktur	: Antiferromagnetisch, Spin - Canting
T_N	: 677 °C
I_s	: 5 A / m
T_M (Morin - Transition)	: - 10 °C
Leichte Richtung der	: $T < T_M$: c - Achse [111]
Magnetisierung	: $T > T_M$: Basalebene (111)
Anisotropie	: $K = 1 \cdot 10^4 \text{ J / m}^3$
Magnetostriktion	: $\lambda_{100} = -20 \cdot 10^{-6}$ $\lambda_s = 5 \cdot 10^{-6}$ $\lambda_{111} = 2 \cdot 10^{-6}$ $\lambda_{112} = 8 \cdot 10^{-6}$

Tab. 1: Wichtige Eigenschaften des Hämatits.

(aus Petersen, 1982; Kneller, 1962; Dunlop, 1971;
Williams et al., 1958)

Hämatit ist zwar antiferromagnetisch, besitzt aber bei Raumtemperatur aufgrund von Spin-Canting ein schwaches magnetisches Restmoment. Dies erklärt seine äusserst niedrige Sättigungsmagnetisierung.

2.2 Oberflächenpräparation

Im vorhergehenden Abschnitt wurde kurz die grosse Spannungsempfindlichkeit der Titanomagnetite begründet. Dies führt dazu, dass nach der mechanischen Politur die Oberfläche regellos verspannt ist und keine Volumenstrukturen sichtbar sind (Appel, 1983; Halgedahl, 1987a). Es werden nur Oberflächenstrukturen, die sogenannten Mäanderstrukturen beobachtet (Chikazumi und Suzuki, 1955). (Methode der Bitter'schen Streifen siehe Abschnitt 2.3)

Aufgabe eines weiteren Politurganges muss es also sein, die mechanisch verformte Oberflächenschicht, bezeichnet als Beilby - Schicht (Beilby, 1921), zu entfernen, ohne selbst neue Verspannungen zu verursachen.

Bei seinen frühen Arbeiten an Magnetit verwendete Soffel (1963, 1964) zu diesem Zweck die thermische und die elektrolytische Politur. Während der thermischen Politur wird die Probe im Hochvacuum bei etwa 800°C solange geglüht, bis die verspannte Schicht vollständig verdampft ist. Durch langsames Abkühlen erhält man dann eine hinreichend ebene und spannungsfreie Oberfläche. Die elektrolytische Politur trägt eine Oberflächenschicht auf elektrochemischen Wege ab. Die Probe wird als Anode geschaltet und zusammen mit einer Kathode, welche möglichst aus dem gleichen Material wie die Anode ist, in einen Elektrolyten getaucht. An Magnetit konnte auf diese Weise eine genügend ebene und spannungsfreie Oberfläche erzielt werden. Voraussetzung für die elektrolytische Politur ist eine gute elektrische Leitfähigkeit der zu polierenden Materialien. Dies ist wohl für Magnetit, vor allem für Einkristalle, erfüllt. Titanomagnetite mit hohem Titan-gehalt zeichnen sich dagegen durch eine zu niedrige elektrische Leitfähigkeit aus. Im natürlichen Gesteinsverband sind sie zudem von silikatischer, also nichtleitender Matrix umgeben.

Als ebenso problematisch erweist sich die thermische Politur. Bereits an Magnetit führte sie bei einigen Proben zu mehr oder minder starken Oxidationserscheinungen (Soffel, 1964). Titanomagnetite reagieren besonders empfindlich auch auf geringe Temperatureinwirkungen. Diffusionsvorgänge oder Entmischung sind die Folge. Auch Glühen im Vakuum kann dies nicht ausschliessen, es verlangsamt die Vorgänge nur.

Um Domänenbeobachtungen auch an Titanomagnetiten durchführen zu können, modifizierte Soffel (1968a) ein in der Metallurgie bekanntes Polierverfahren, die Ionenätzung. Hierbei wird eine selbstständige Gasentladung in einer auf etwa 4-5 Pa evakuierten Luftatmosphäre erzeugt. Die durch eine Öffnung in der Kathode hindurchtretenden Ionen prallen auf die Probe auf und tragen durch Stossprozesse die Oberfläche ab. Eine zu starke Erwärmung der Probe wird durch eine zeitliche Intervallschaltung bei nicht zu hohem Ionenstrom verhindert (etwa 2,5 mA). Bis zum jetzigen Zeitpunkt stellte die Ionenpolitur die einzige Möglich-

keit der Oberflächenpräparation zur Sichtbarmachung magnetischer Bereichsstrukturen an natürlichen und synthetischen Titanomagnetiten dar. Auf der anderen Seite brachte die Ionenätzung einige entscheidende Nachteile mit sich, die dennoch in Kauf genommen werden mussten:

- (a) Hoher gerätetechnischer Aufwand.
- (b) Grosser zeitlicher Aufwand; speziell Proben mit hohem Ti-Gehalt müssen bis zu 100 Std. ionenpoliert werden.
- (c) Die Politur von kleinen Teilchen bereitet häufig Schwierigkeiten; eine weiche Matrix wird schneller abgetragen und die Teilchen können herausbrechen.
- (d) Die Oberfläche wird sehr ungleichmässig abgetragen; es entstehen Stufen, Kanten und Löcher (siehe hierzu auch 4.6).
- (e) Die Ionenpolitur erzeugt selbst eine Beilby-Schicht von nicht zu vernachlässigender Dicke (Martens et al., 1983, 1984).
- (f) Die Anwendung der Magnetooptik ist aufgrund der unzulänglichen Oberflächenqualität nicht möglich.

2.3 Methode der Bitter'schen Streifen

2.3.1 Grundlagen

Man nützt die Tatsache aus, dass längs der Schnittlinie einer Blochwand mit der Probenoberfläche magnetische Streufelder auftreten. Diese sind unter bestimmten Bedingungen stark genug, um magnetische Partikel aus einer Suspension anlagern zu können. Auf eine sorgfältig präparierte und spannungsfreie Oberfläche wird eine Suspension von superparamagnetischen Teilchen (meist Magnetit) in einer kolloidalen wässrigen oder organischen Trägerflüssigkeit aufgebracht. Durch die Trägerflüssigkeit werden die Teilchen stabilisiert, das heisst ein Zusammenballen wird unterbunden. Die Kolloidteilchen häufen sich aufgrund der Wechselwirkung mit den Streufeldern an den Domänengrenzen (Blochwänden) an. Letztere werden somit als dunkle Streifen sichtbar (Abb. 5, 6).

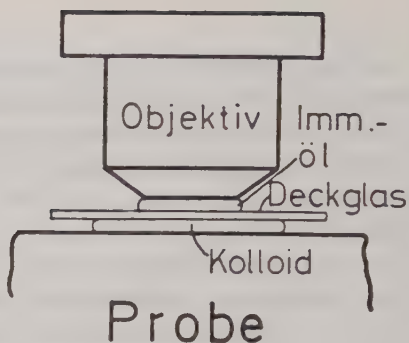
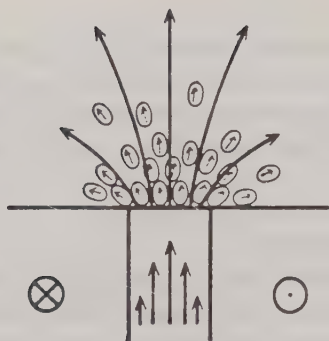
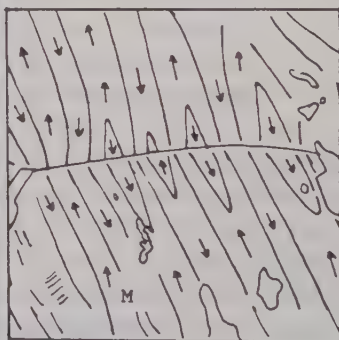
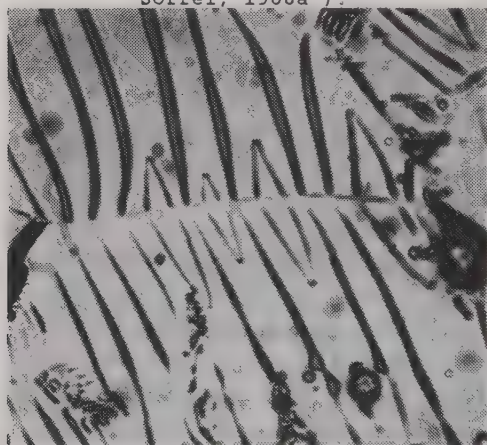


Abb. 5a: Anhäufung der Magnetit-
teilchen im Streufeld
einer Blochwand (aus
Soffel, 1968a).

b: Anordnung zur Beobachtung
der Bitterstreifen im
Auflichtmikroskop (aus
Soffel, 1968a).



(a)

20 µm

(b)

Abb. 6: a) Bitterstreifen an einem TM 70 (siehe Abschn. 3, Tab.
2). In der Bildmitte eine Korngrenze zwischen zwei Poren
(dunkle Flächen).

b) Nachgezeichnete Bereichsstruktur, die Pfeile geben die
Magnetisierungsrichtung an (Modell).

Im Lichtmikroskop können die "Bitterstreifen" bei Vergrößerungen
bis zu 1250-fach betrachtet werden (Abb. 5). Neuerdings nutzt

man auch die viel höhere Auflösung des Rasterelektronenmikroskops aus. Die Bitterstreifen werden zuvor mit Freon eingetrocknet und können anschliessend untersucht werden (Lawson et al., 1986; Halgedahl et al., 1987b; Moskowitz et al., 1987; Aumüller, 1988).

Das Entstehen der Bitterstreifen resultiert aus der Wechselwirkung zwischen der thermischen Agitation der Magnetitteilchen und der Stärke der Streufelder. Bergmann (1956) stellte folgende Bedingung für die Bildung Bitter'scher Streifen auf:

$$I_s < \frac{4}{\pi k T} \left[\frac{J_w \delta_w}{1 + \frac{J_w^2 \pi}{K_w}} \right]^3$$

- I_s : Sättigungsmagnetisierung der Magnetitteilchen des Ferrofluids (480 A/m)
 T : Absolute Temperatur (300 K)
 k : Boltzmann - Konstante, ($1.38 \cdot 10^{-23}$ J/K)
 I_w : Sättigungsmagnetisierung des Probenmaterials
 δ_w : Wanddicke des Probenmaterials
 k_w : Kristallanisotropiekonstante des Probenmaterials

Ist also die Sättigungsmagnetisierung der Probe zu gering, so reicht die Stärke der Streufelder nicht mehr aus, Magnetitteilchen aus dem Ferrofluid gegen ihre thermische Agitation anzulagern.

2.3.2 Anwendungsbereich der Bittertechnik

Wenn eine gut präparierte Oberfläche zur Verfügung steht, so hat die Bitter-Technik den grossen Vorteil der einfachen experimentellen Handhabung. Man gibt einen Tropfen Ferrofluid in der gewünschten Verdünnung auf ein Deckgläschen, und verteilt dies darauf gleichmässig. Dann bringt man das Deckglas auf die Proben-

oberfläche. Zum einen wird damit verhindert, dass die Oberfläche in irgendeiner Weise unnötig beansprucht wird. Zugleich ermöglicht das Deckglas den Einsatz von Öl - Immersionsobjektiven zur Erhöhung des Kontrastes und der Auflösung. Im Auflichtmikroskop können die Bitterstreifen bis zur höchst möglichen Vergrößerung des Lichtmikroskops studiert werden (Abb. 5b).

Die meisten Ferrofluide sind für den Einsatz bei Raumtemperatur konzipiert. Die Bitter-Technik zeigt deshalb bei statischen Untersuchungen bei Raumtemperatur ihre optimale Leistungsfähigkeit. Nach obiger Gleichung ist die Anwendbarkeit der Bitter-Technik für alle Titanomagnetite gewährleistet, welche bei Raumtemperatur ferrimagnetisch sind. Magnetische Bereichsstrukturen können sowohl an synthetischen Proben als auch an natürlichen Kristalliten in Basalten beobachtet werden (Soffel, 1968a, b; Appel, 1983; Halgedahl, 1987a) .

Die Auflösung der Bittermethode ist vor allem durch die Partikelgrösse der Kolloidteilchen, rund 10 nm, begrenzt. Mit dem Rasterelektronenmikroskop können eingetrocknete Bitterstreifen bis zur Auflösungsgrenze von 10-20 nm beobachtet werden (Reimer und Pfefferkorn, 1973). Dies ist hier zudem auf unbehandelten Oberflächen möglich, wobei die grosse Tiefenschärfe eine dreidimensionale Darstellung erlaubt.

Mit gewissen Einschränkungen können mit der konventionellen Bittermethode (Lichtmikroskop) dynamische Vorgänge studiert werden. Darunter versteht man die Beobachtung der Veränderungen der magnetischen Mikrostruktur unter Einwirkung von äusseren Feldern. Als wichtigste Parameter sind hier Magnetfelder (z. B. Hysteresekurve), äussere Spannungen und Temperaturvariationen zu nennen. Appel (1983) konnte damit die Spannungsdominanz der Anisotropie in Ti-reichen Titanomagnetiten nachweisen.

2.3.3 Grenzen der Bittermethode

Neben den oben aufgeführten Vorteilen weist die Bittermethode aber einige derart gravierende Nachteile auf, so dass schon sehr bald nach Alternativen gesucht wurde. Die Entstehung Bitter'scher Streifen ist streng an die Existenz von Streufeldern ausreichender Stärke gebunden. Nach Bergmann (1956) ist die Stärke der Streufelder in entscheidender Weise von der Sättigungsmagnetisierung des Materials abhängig. Diese Bedingung birgt zugleich einige Faktoren in sich, welche die Bitterstreifen in negativer Weise beeinflussen.

Zum einen werden Streufelder nicht nur von Domänengrenzen hervorgerufen, sondern auch von vielerlei Störungen der Oberfläche (Politurfehler, Fehler des Probenmaterials selbst wie Porenräume, Risse, Versetzungslinien). Dies kann zur Entstehung von "Pseudo-Bitterstreifen" führen, die mit der wahren Bereichsstruktur nichts zu tun haben. Deren Unterscheidung erschwert die Interpretation der Bitterstreifen zum Teil erheblich. Dazu kommt noch, dass mit der Bittermethode nicht die Weiss'schen Bezirke selbst, sondern nur deren Grenzen (Bloch-Wände) als dunkle Linien sichtbar sind (Abb. 5a; 6a, b). Folglich erhält man keinen direkten Aufschluss über die Richtung der Magnetisierung innerhalb der Weiss'schen Bezirke. Bei der komplizierten Ausbildung der Bereichsstrukturen an Titanomagnetiten muss aber mit einer deutlichen Variation der Magnetisierungsrichtung innerhalb einer Domäne gerechnet werden.

Grössere Probleme bereitet die Durchführung dynamischer Untersuchungen mit der Bittermethode (Hubert, 1988). Wie weiter oben erwähnt, können (langsame) Veränderungen der Bereichsstruktur bei Raumtemperatur gut beobachtet werden. Zumindest in Zweifel zu ziehen sind aber die Ergebnisse, welche bisher bei erhöhten Temperaturen bis zur Curie-Temperatur an Titanomagnetiten erzielt wurden (Soffel, 1977b; Metcalf und Fuller, 1987; Heider et al., 1988; Appel und Soffel, 1984). Es ist doch sehr fraglich, ob bereits deutlich unterhalb der Curie-Temperatur

wirklich keine Domänen mehr ausgebildet sind (Halgedahl et al., 1987a). Deren Fehlen bei höheren Temperaturen dürfte vorwiegend auf Effekte hervorgerufen durch die mangelnde Stabilität des Ferrofluids sowie zu schwache Streufelder zurückzuführen sein. Um diese Problematik realistisch bewerten zu können, scheint es zweckmässig, Studien mit anderen (magnetooptischen) Methoden durchzuführen und deren Ergebnisse abzuwarten.

Nach Bergmann (1956) kann die Bittermethode an Hämatit sowie auch an Goethit nicht zum Erfolg führen. An beiden Mineralen fehlt bisher jede experimentelle Untersuchung der magnetischen Bereichsstruktur (siehe auch Abschn. 6.2.4).

Sehr häufig können auch an polierten Oberflächen von titanreichen Titanomagnetiten, speziell an natürlichen Proben, Gebiete beobachtet werden, die keine Bitterstreifen zeigen. Dies ist nach Appel (1983) auf lokal stark variierende Spannungen und somit stark variierende Vorzugsrichtungen der Magnetisierung zurückzuführen. Die Streufelder sind aufgrund dessen nur schwach ausgeprägt, weswegen Bitterstreifen fehlen.

Dies alles zeigt, dass mit der Bittermethode die Grenzen der Möglichkeiten erreicht worden sind. Viele wichtigen Fragen bezüglich der magnetischen Mikrostruktur und der Magnetisierungsprozesse sind damit nicht zu klären.

3. Mineralogische und magnetische Eigenschaften der Proben

3.1 Synthetische und natürliche Titanomagnetite

Synthetische Titanomagnetite wurden nach dem Syntheschema von Bleil (1973) bzw. Appel und Moll (1980) hergestellt. Diese polykristallinen Proben bildeten die Grundlage der Arbeit. Ein Teil der Proben war mit Al und Mg dotiert. Um Gesteine zu "imitieren", wurden die Proben teilweise zermahlen und die Teilchen in Kunstharz eingebettet. Somit erreicht man ein gewisses Korngrössenspektrum dispergierter Teilchen.

Die chemische Reinheit und Zusammensetzung der Proben wurde röntgenographisch (Diffraktogramm, Debye-Scherrer-Aufnahme) nachgewiesen (Gitterkonstante a_0) (Berry, 1962). Von den magnetischen Kenngrössen wurde die Curie-Temperatur bestimmt. Die Homogenität der Proben wurde zusätzlich am Erzmikroskop überprüft.

An dieser Stelle wird darauf hingewiesen, dass in den weiteren Abschnitten für die einzelnen Proben die Abkürzungen verwendet werden, wie sie in Tab. 2 aufgeführt sind.

Auch ein natürlicher Magnetit Einkristall aus einem Grünschiefer vom Pfitscher Joch / Österreich stand zur Verfügung, welcher orientiert etwa in der (110)-Ebene geschnitten war.

Die magnetooptischen Studien sollten natürlich möglichst auch auf natürlichen Titanomagnetiten durchgeführt werden. Dazu wurden zwei Basaltproben tertiären Alters aus der Böhmisches Masse (CSSR) verwendet (Nr. 202 und Nr. 215). Probe Nr. 215 wurde ausgewählt, da sie sehr grosse Titanomagnetitkörner enthält und somit für die Anwendung der Magnetooptik besonders geeignet schien.

Tabelle 2 gibt eine Übersicht über alle verwendeten Proben und deren wichtigste magnetische und kristallographische Daten:

(I) Synthetische Proben

Probennummer Abkürzung	Chemische Zusammensetzung	a_0 (Å)	T_c (°C)
1. TM 70	$Fe_{2,30}Ti_{0,70}O_4$	8,484	69
2. TM 72	$Fe_{2,28}Ti_{0,72}O_4$	8,491	58
3. AMTM 60	$Fe_{2,335}Ti_{0,60}Al_{0,04}Mg_{0,025}O_4$	8,472	126
4. AMTM 52	$Fe_{2,28}Ti_{0,52}Al_{0,08}Mg_{0,12}O_4$	8,458	170

(II) Natürliche Proben

1. Magnetit	Fe_3O_4	8,391	580
2. Nr. 202	$Fe_{2,15}Ti_{0,65}Al_{0,08}Mg_{0,12}O_4$	8,467	120
3. Nr. 215	$Fe_{2,17}Ti_{0,63}Al_{0,08}Mg_{0,12}O_4$	-----	242

(2.) nach Gendler und Kropacek (1979)

(3.) nach Kropacek und Kapicka (1979)

Tab. 2: Magnetische und mineralogische Daten der Titanomagnetite.

3.2 Hämatit

Ein natürlicher, martitisierter Hämatit einer Eisenerzprobe von Rio Marina / Elba wurde ebenfalls untersucht. Die Erzkomponenten wurden röntgenographisch bestimmt. Die Auswertung einer thermomagnetischen Kurve ergab zwei magnetische Phasen, Hämatit und Magnetit. Am Erzmikroskop wurden beide magnetischen Phasen noch einmal exakt nachgewiesen; dazu dienten Vergleichsproben des Instituts für Angewandte Geologie der Universität München. Durch Aufträufeln von Ferrofluid können Hämatit und Magnetit zudem leicht unterschieden werden, da sich nur am Magnetit Ferrofluid anlagert.

In der folgenden Tabelle sind die Eigenschaften des Eisenerzes von Rio Marina / Elba zusammengefasst:

Eisenerz (Rio Marina / Elba)

Zusammensetzung	T_c (°C)	Erzmikroskopie
(i) Fe_2O_3	680	etwa 75% Hämatit,
(ii) Fe_3O_4	580	25% Magnetit, Spuren von Pyrit

Tab. 3: Eigenschaften des verwendeten Hämatits.

4. Eine neue Feinstpolitur - Kolloidale Suspension von amorphem SiO_2

Die erfolgreiche Anwendung des magnetooptischen Kerr-Effekts an Titanomagnetiten basiert entscheidend auf der Entwicklung einer neuen Methode zur spannungsfreien Feinstpolitur von Oberflächen. Diese wird im Folgenden beschrieben.

4.1 Politur und Problemstellung

Ziel der Arbeit ist die Sichtbarmachung der magnetischen Bereichsstrukturen möglichst aller magnetischer Minerale, bzw. deren synthetischer Äquivalente, vorwiegend natürlich der Titanomagnetite, mit dem magnetooptischen Kerr-Effekt. Dies stellt an das Politurmittel und die Politurmethodik hohe Anforderungen:

- 1.) Die Oberfläche muss hinreichend eben und vor allem spannungsfrei sein. Die Beilby-Schicht und die darunter liegende stark verformte Schicht sollten weitgehend abgetragen werden; das Kristallgitter sollte (abgesehen höchstens von wenigen Nanometern) bis zur Oberfläche hin optimal ausgebildet sein. Die Feinstpolitur muss also vorhandene Polierspannungen beseitigen und darf keine weiteren hinzufügen.
- 2.) Die Probenoberfläche sollte nicht thermisch beansprucht werden, um Diffusionsvorgänge, Entmischungen, Oxidation oder Strukturänderungen zu verhindern.
- 3.) Die ursprünglichen magnetischen Eigenschaften der Probe dürfen nicht verändert oder gar zerstört werden.
- 4.) Chemische Reaktionen des Politurmittels mit der Probenoberfläche sind unerwünscht. Eventuelle Zwischenprodukte sollten während der Politur vollständig entfernt werden.
- 5.) Es muss gewährleistet sein, dass die Oberfläche nach der

Politur von Politurmittelresten frei ist bzw. leicht und vollständig davon gereinigt werden kann.

6.) Minerale unterschiedlicher Härte sollten möglichst gleich poliert werden, um zu verhindern, dass kleine Erzteilchen aus der (weicheren) Matrix herausbrechen.

7.) Von grossem Vorteil wäre eine technisch einfache Durchführbarkeit, die sich dazu zeitlich in einem vernünftigen Rahmen bewegt.

Um die Erfüllung dieser Voraussetzungen nachzuprüfen, wurden die im Weiteren angeführten Messverfahren eingesetzt (Abschn. 4.4).

4.2 Politurmittel

Bereits in den 60-er Jahren wurden mehrere Patente in Europa und den USA für die Entwicklung einer Feinstpolitur auf SiO_2 -Basis erteilt (US Patent, 1965; UK Patent, 1967). Mit dieser Flüssigkeit werden einkristalline Si-Scheiben höchst glatt poliert, um anschliessend eine Oxydschicht epitaktisch darauf aufzudampfen. Voraussetzung für höchste Qualität der Oxydschicht ist aber, dass die Si-Scheiben ein bis zur Oberfläche hin ungestörtes Kristallgitter besitzen. Den Patentschriften zufolge ist nach einer Feinstpolitur mit amorphem SiO_2 (Syton, Fa. Monsanto) eine Oberfläche derartig hoher Güte erreicht. Die Patentschriften besagen weiter, dass auch viele Gesteine, Erze sowie Halbedelsteine und Edelsteine unterschiedlichster Härte mit Syton in technisch einfacher Weise und mit geringem Zeitaufwand feinstpoliert werden können.

Seit einigen Jahren bietet auch die Fa. Struers, Kopenhagen, neben den üblichen Poliermitteln eine als "OP-S" bezeichnete Suspension zur Feinstpolitur von verschiedenen Werkstoffen an. In mehreren Gesprächen mit zuständigen Metallurgen der Fa. Struers stellte sich heraus, dass sich hinter OP-S ebenfalls eine SiO_2 - Suspension verbirgt.

Dies war der endgültige Anlass, sich mit diesen neuartigen Polituren näher zu beschäftigen und sie zu testen. Schon nach kurzer Zeit stellten sich Überraschende Erfolge ein. Wenige Minuten Polierzeit mit OP-S oder Syton nach vorausgehender Politur mit Diamantpaste reichten aus, um an Titan - reichen Titanomagnetiten mit der Bitter-Technik Bereichsstrukturen in einer zuvor nicht gekannten Qualität sichtbar machen zu können.

Aus Schriften der Fa. Struers war Folgendes zu den Eigenschaften von OP-S zu entnehmen:

Es handelt sich um eine kolloidale Dispersion von amorpher Kieselsäure, SiO_2 , in Wasser. Die Teilchen sind nahezu rund und weisen eine Grösse von $< 250 \text{ nm}$ auf. Aufgrund des Herstellungsverfahrens liegt eine relativ homogene Korngrößenverteilung vor. Der pH-Wert der Suspension beträgt etwa 9, ist also schwach alkalisch. Dieser pH-Wert deutet auf die Anwesenheit von NaOH oder KOH hin. Das Politurmittel kann am Besten mit destilliertem Wasser verdünnt werden.

Die Daten wurden durch eigene Untersuchungen ergänzt. Der pH-Wert entspricht der Firmenangabe. Die Suspension kann nach Bedarf mit vielerlei Lösungsmitteln verdünnt werden, so Alkohole oder Aceton. Die Auswertung mehrerer Diffraktogramme ergab keinen Hinweis auf eine kristalline Phase. Der stark erhöhte Untergrund bei Streuwinkeln um $2\theta = 25^\circ$ weist auf die alleinige Anwesenheit von amorphem Material hin. Aufgrund des Fehlens jeglicher Linien lässt sich die Anwesenheit einer kristallinen Phase nahezu ausschliessen. Weiteren Aufschluss geben hier Aufnahmen mit dem Transmissionselektronenmikroskop. Aufgrund des grossen technischen Aufwandes konnten diese Untersuchungen nur an Syton durchgeführt werden (siehe 4.4.4). Im Lichtmikroskop waren die Teilchen bei maximaler Vergrösserung (1550-fach) nur als kleinste Punkte erkennbar. Dies deutet auf eine Korngrösse deutlich unter $0,5 \mu\text{m}$ hin.

Die weiteren Untersuchungen konzentrieren sich auf Syton. Dankenswerterweise stellte mir die Fa. Monsanto, Düsseldorf, eine

Probe von 1 kg Syton-W-50 zur Verfügung. Ebenso erhielt ich von der Fa. Brentag, Mühlheim/Ruhr, 1 kg Syton-X-30. Die beiden Suspensionen unterscheiden sich vor allem durch die Korngrösse (siehe Tab. 4). Nach Angabe der beiden Firmen liegt der eigentliche Verwendungszweck von Syton in anderen Bereichen (siehe Firmenschrift Fa. Monsanto). Die Eignung als Feinstpolitur ergab sich als Nebenprodukt. Dies ist der Grund, weswegen Syton-W-50/X-30 nur schwer in kleinen Mengen erhältlich ist. SiO_2 -Suspensionen werden prinzipiell in drei Teilchengrössenbereichen hergestellt:

(i)	Tisox 1300	Fa. Transelco	(USA)	1 - 4 nm
(ii)	Syton W-50/X-30	Fa. Monsanto	(USA)	25 - 125 nm
(iii)	Syloid 701	Fa. Grace Co.	(USA)	3 - 4 μm
nach McIntosh und Paquin (1980)				

Leider stand mir Tisox bisher nicht zu Testzwecken zur Verfügung. Die Korngrösse des Syloid 701 ist für eine Verwendung im Rahmen dieser Arbeit ungeeignet.

Die folgende Tabelle 5 gibt einige Eigenschaften der von mir getesteten Syton-W-50/X-30 wieder (nach Angaben Fa. Monsanto und Fa. Brentag):

Syton Typ	Annähernde Teilchengröße in nm durch Streulichtmessung	Beschreibung	Dichte kg/m^3	pH	SiO_2 -Anteil % m/m	Na_2O -Anteil % m/m	Spezifische Oberfläche $\text{m}^2/\text{g SiO}_2$	Viskosität cP
X 30	25	Leicht trübe Flüssigkeit	1.200	9,8	30	0,30	250	6
W 50	125	Milchige Flüssigkeit	1.390	10,2	50	0,20	70	6

Tab. 4: Eigenschaften des Syton-W-50/X-30 (nach Fa. Monsanto und Fa. Brentag).

Syton wird als eine "leicht schillernde" oder "milchig weisse" Kieselsäuredispersion von stabilen, chemisch reaktionsträgen Kieselsäurepartikeln mit einem bestimmten Teilchengrößenbereich und in Konzentrationen bis zu 50% beschrieben. Syton ist innerhalb eines weiten Konzentrationsbereiches mit wassermischbaren organischen Lösungsmitteln wie Äthanol, Aceton o. Ä. verträglich. Es ist ferner mischbar mit wasserlöslichen Säuren (ausser Flusssäure). Ausserdem ist Syton verträglich mit den unterschiedlichsten Harzen (Acryfix, Einbettmittel für Proben). Syton bleibt in einem pH-Bereich von 3 bis 10,5 stabil. Der pH-Wert kann also durch Zugabe von Säuren oder Basen in gewissen Grenzen verändert werden.

Die SiO_2 -Teilchen werden als "eher amorph als kristallin" beschrieben. Deshalb wurden von Syton-W-50 und Syton-X-30 Diffraktogramme angefertigt. Röntgenographisch fand sich kein Hinweis auf eine kristalline Phase. Der bei etwa $2\theta = 25^\circ$ stark erhöhte Untergrund deutet auf einen hohen amorphen Anteil hin.

Es zeigte sich an dieser Stelle, dass einzig die Transmissions-elektronenmikroskopie bei derartig kleinen Teilchen näheren Aufschluss über Teilchengrösse und Teilchenform liefern kann. Die folgenden Bilder wurden an einem TEM, Jeol 100 Cx der Fa. Kontron, des Instituts für Technische Chemie der TU München angefertigt. Da in diesem Fall in Transmission gearbeitet werden kann, brauchte nur ein Tropfen von verdünntem Syton auf den Probenträger (Kupfernetz) aufgebracht zu werden. Die Probe wurde im Hochvakuum von ca. 10^{-4} Pa unter einem Winkel von 45° mit einer Platin / Kohle - Schicht von ca. $10 \text{ \AA}$ Dicke bedampft (Vali, mündliche Mitteilung; siehe hierzu auch Schimmel, 1969).

Bild 7 zeigt Syton-W-50. Man erkennt deutlich die einzelnen Teilchen als runde Kugeln. Ihr Durchmesser beträgt maximal 125 nm. Es finden sich aber auch viele kleinere Teilchen von 50 - 100 nm Durchmesser, also insgesamt keine homogene Teilchengrösse. Auf anderen Bildern fanden sich vereinzelt auch Teilchen mit bis zu 200 nm Durchmesser. Einige Teilchen weisen keine vollkommen runde

Form auf, sie werden an manchen Stellen von "geraden Linien" begrenzt. Diese Tatsache ist der einzige Hinweis auf eine möglicherweise lokal vorhandene kristalline Struktur (" eher amorph als kristallin", Fa. Monsanto). Röntgenographisch sind kristalline Strukturen derartig geringer Ausdehnung praktisch nicht mehr nachweisbar. Somit können die Syton-W-50 Teilchen ohne Verfälschung der Tatsachen als rund und amorph, exakt als röntgenamorph, angesehen werden.

Abbildung 8 zeigt die Teilchen des Syton-X-30. Es erwies sich als schwierig, eine geeignet hohe Verdünnung herzustellen, um einzelne Teilchen deutlich unterscheiden zu können. Dennoch lässt sich die Teilchengrösse mit 25 nm gut bestimmen. Sie ist hier relativ homogen. Die Teilchen sind alle ungefähr gleich gross und in erster Näherung als rund anzusehen, ähnlich dem Syton-W-50. Nichts mehr lässt sich allerdings über den kristallinen oder amorphen Charakter aussagen.

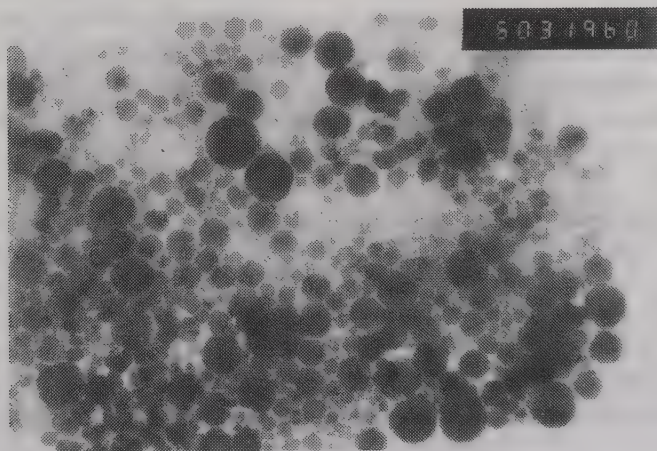
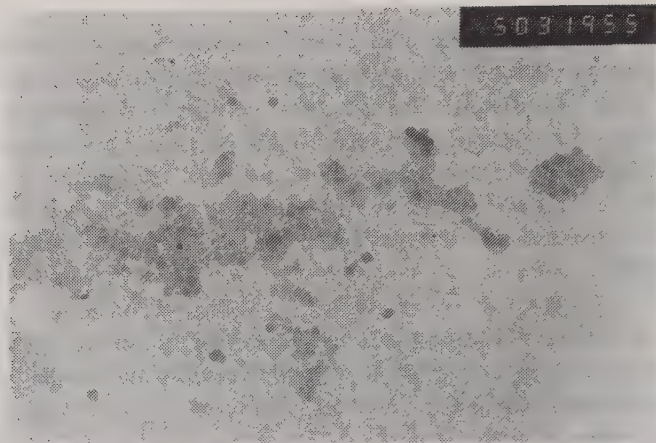


Abb. 7: Syton-W-50, Aufnahme mit TEM, Vergrösserung 50.000 x .



— 200 nm

Abb. 8: Syton-X-30, Aufnahme mit TEM, Vergrößerung 50.000 x .

Der einzige wichtige Parameter, der aufgrund der Kleinheit der Teilchen unbestimmt bleiben muss, ist die Härte der Partikel. Um die Wirkungsweise der Politur erklären zu können, wäre die Kenntnis der Härte (zum Beispiel nach Mohs) von grossem Interesse. Man kann über den amorphen Charakter und die Herstellung der Teilchen (chemische Ausfällung, US Patent, 1962), sowie über die generellen Eigenschaften kolloidaler Suspensionen kaum Rückschlüsse auf die Härte ziehen.

Zusammenfassend lassen sich demnach Syton und OP-S als kolloidale Suspensionen eher amorpher, kugeliges SiO_2 - Teilchen charakterisieren. Das Dispersionsmittel ist Wasser. Die Beständigkeit einer kolloidalen Dispersion ist gewährleistet, wenn eine Aggregation der Partikel durch Kohäsionskräfte verhindert wird. Bei anorganischen Solen geschieht dies durch überwiegend gleichsinnige Ladung der Teilchen. Die Partikel des Syton oder OP-S haben durchwegs eine negative Ladung (Zimmermann und Günther, 1975).

4.3 Präparationstechnik mit Syton / OP - S

Im folgenden Abschnitt wird das Vorgehen bei der Probenpräparation mit dem neuen Poliermittel beschrieben. Obwohl Schleifen und Vorpolitur eigentlich klassische, also bekannte Techniken sind, sollen sie an dieser Stelle dennoch ausführlicher besprochen werden. Eine erfolgreiche Anwendung der Syton / OP-S Feinstpolitur ist nur nach sorgfältiger Vorpräparation gewährleistet.

Der gesamte Präparationsgang gliedert sich grundsätzlich in drei Abschnitte:

- (a) Schleifen mit SiC - Papier (verschiedener Körnung)
- (b) Vorpolitur mit Diamantpaste (Körnung 2,5 und 1 μm)
- (c) Feinstpolitur mit Syton / OP-S

Zu diesem Zweck erweist es sich als günstig, kleinformatige Proben in Kunstharz (etwa Acryfix) einzugiessen. Entscheidend für den Schleif- und Poliervorgang sind die Korngrößen des Schleif- und Poliermittels. Sie sollten bei den aufeinander folgenden Arbeitsgängen möglichst günstig aneinanderreihen, das heisst, sie müssen so gewählt werden, dass die jeweils nachfolgende Korngrösse die von der vorhergehenden erzeugten Riefen und Rillen gerade aus- und entsprechend feiner schleifen und polieren kann (Waschull, 1984).

Folgender Schleif- und Vorpoliturgang wurde gleichermassen für synthetische und natürliche Proben verwendet. Er hat sich in vielen Versuchen als am effizientesten erwiesen:

- (1) Schleifen mit SiC - Papier
 - (a) Körnung 220 / 320 [Korngrösse 65 / 46 μm]
 - (b) Körnung 500 [« 30 μm]
 - (c) Körnung 800 [« 21,8 μm]
 - (d) Körnung 1200 [« 15,2 μm]

Die Dauer des Schleifvorganges liegt bei 3 - 5 min je Körnung

(abhängig vom Probenmaterial). Nach dem Abspülen in Wasser muss die Probe im Ultraschallbad rund 10 min gereinigt werden. Auf diese Weise wird erreicht, dass jeglicher Schleifstaub von der Oberfläche entfernt wird. Zurückbleibende Schleifreste würden die Vorpolitur in äusserst negativer Weise beeinflussen.

Die Vorpolitur kann in zwei oder drei Schritten durchgeführt werden:

(2) Vorpolitur mit Diamantpaste

(a) Diamantpaste A, Korngrösse 2,5 μm [DPA]

(b) Diamantpaste B, Korngrösse 1 μm [DPB]

(c) Diamantpaste C, Korngrösse 0,25 μm [DPC]

Auf die DPC - Politur wurde meist verzichtet, da hiermit keine entscheidende Verbesserung der Vorpolitur beobachtet werden konnte. Beide Politurgänge wurden an Apparaturen der Fa. Struers durchgeführt. Sowohl für natürliche als auch für synthetische Proben erwies sich eine Polierzeit von 4 Stunden pro Stufe als unbedingt erforderlich. Nach DPA und DPB Vorpolitur sollte die Probe im Ultraschallbad gereinigt werden, um Pastenrückstände zu entfernen.

Der letzte Schritt des Präparationsgangs, die Feinstpolitur, wurde im allgemeinen in einer Stufe durchgeführt. An wenigen Proben wurde zusätzlich eine zweistufige Feinstpolitur getestet. Die Feinstpolitur kann entweder manuell oder auch automatisch an der üblichen Polierapparatur vorgenommen werden. Es wird dazu eine spezielle Polierscheibe, AP - Chem (Fa. Struers) benötigt. Dieses Poliertuch ist samtartig, aber relativ steif und besteht aus Polyurethanschäum.

Das Poliertuch wird mit destilliertem Wasser angefeuchtet, dann gibt man mit einer Pipette einige Tropfen SiO_2 - Suspension darauf. Manuell wird die Probe in kreisenden Bewegungen mit leichtem Andruck poliert. Der beste Poliererfolg stellte sich bei Verwendung der unverdünnten Suspension ein. Nach Beendigung der

eigentlichen Feinstpräparation sollte mit destilliertem Wasser noch 1 - 2 Minuten weiterpoliert werden, um das Poliermittel vollständig von der Oberfläche zu entfernen. Während des Poliervorganges ist es wichtig, das Poliertuch immer feucht zu halten, um zu vermeiden, dass die Suspension eintrocknet. Es empfiehlt sich eine abschliessende, vorsichtige Reinigung im Ultraschallbad (in destilliertem Wasser).

Für die Dauer der Feinstpolitur können keine festen Zeiten angegeben werden. Sie wird wesentlich von der Güte der Vorpolitur und natürlich vom Probenmaterial bestimmt. Generell ist die Polierzeit für synthetische Proben kürzer. Die folgende Tabelle gibt Anhaltspunkte für die Polierzeit einiger Materialien. Das Ziel der Feinstpolitur ist erreicht, wenn mit der Bittertechnik keinerlei Störungen der Oberfläche mehr aufgezeigt werden und einzig die Bitterstreifen als Grenzen der Weiss'schen Bezirke sichtbar sind. Dies wird in Abschnitt 4.4.5 ausführlicher erläutert.

Probenmaterial	Zeitdauer der Feinstpolitur
(1) Synt. Titanomagnetit	5 - 15 Min.
(2) Synt. Titanomagnetit, zermahlen	10 - 15 Min.
(3) nat. Magnetit	10 - 15 Min.
(4) nat. Titanomagnetit in Basalt	20 - 45 Min.
(5) nat. Hämatit *	10 Min.

* hier kann an koexistierendem Magnetit mit der Bittertechnik kontrolliert werden.

Tab. 5: Probenspezifische Politurdauer mit Syton / OP-S zur Erlangung optimaler Oberflächengüte.

Bei natürlichem Material ist die Polierzeit von sehr vielen Parametern abhängig. Darunter fallen Mineralparagenesen und somit Härte der Matrix, Porosität oder Korngrössenspektrum der magne-

tischen Minerale.

An einigen Proben wurde eine zweite Stufe der Feinstpolitur mit Syton-X-30 getestet. Diese Massnahme hatte zum Ziel, die Oberflächengüte weiter zu verbessern. Es wurde die gleiche Präparationstechnik angewendet als mit Syton-W-50 / OP-S. Wie sich herausstellte, führte dies allerdings nicht zum gewünschten Erfolg. Im Weiteren wurde deshalb auf die Syton-X-30 Politur verzichtet und nur eine Syton-W-50 / OP-S Feinstpolitur vorgenommen.

4.4 Qualität der Oberfläche

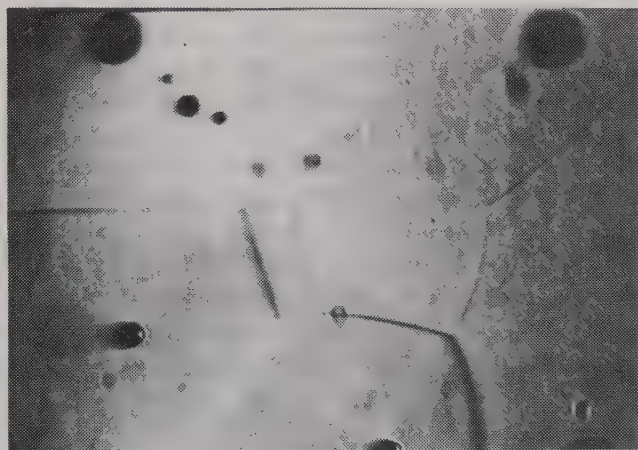
In Abschnitt 4.1 wurden die Bedingungen angeführt, die an eine geeignete Politur zur Sichtbarmachung magnetischer Bereichsstrukturen gestellt werden. Im Folgenden werden die Eigenschaften der Oberfläche mit verschiedenen, unabhängigen Messmethoden hinsichtlich obiger Forderungen überprüft. Kerrdrehung und Kerrelliptizität werden gleichwertig zu den ansonsten selbst durchgeführten Untersuchungen hinzugestellt, da sie für die Charakterisierung der Oberfläche wertvolle Aussagen liefern. Aus technischen Gründen sowie zur Erleichterung der Interpretation der Messergebnisse wurde auf synthetische Titanomagnetite jeweils der nahezu gleichen Zusammensetzung, TM 70 und TM 72, zurückgegriffen. Eine Ausnahme bildet nur Abschnitt 4.4.6 .

4.4.1 Auflichtmikroskop

Den einfachsten Zugang zu einer Oberfläche ermöglicht das Polarisationsauflichtmikroskop. Am Institut für Geophysik stand dazu ein leistungsfähiges Mikroskop der Fa. Leitz zur Verfügung. Die Beobachtungen erfolgten bei Vergrösserungen bis zu 1250-fach. Die photographische Einrichtung erlaubte Aufnahmen bei bis zu 1550 - facher Vergrösserung, was zugleich der optischen Grenze des Lichtmikroskops entspricht.

Abbildung 9 zeigt eine Titanomagnetitoberfläche nach einer Syton Feinstpolitur. Es sind keine Rillen, Kratzer, Risse oder Löcher

sichtbar, welche durch die Präparation der Probe hervorgerufen sind. Als Oberflächenstrukturen zeigen sich nur Porenräume, die beim Sintern der Probe entstehen. Die Poren lassen aber einen weiteren Vorteil der Syton OP-S Feinstpolitur aufscheinen, nämlich die hohe Randschärfe und das Fehlen jeglicher sogenannter "Kometenschweife". Letztere entstehen durch Konglomerate des Politurmittels. Sehr deutlich zeigen sich die Grenzen der einzelnen Kristallite der polykristallinen Probe. Insgesamt zeichnet sich die Oberfläche durch ihre Planheit, Fehlerfreiheit und scharfe Abbildung aller auf ihr befindlichen Elemente aus. Sie lässt auch keine Veränderungen als Folge von Oxidationsvorgängen oder Entmischung während des Politurvorgangs erkennen (z. B. Maghemitbildung, Entmischungslamellen).



— 20 µm

Abb. 9: Syton polierte Oberfläche eines TM 72 im Auflichtmikroskop.

4.4.2 Rauigkeitsmessungen

Eine entscheidende Kenngrösse hinsichtlich der Leistungsfähigkeit der Syton / OP-S Feinstpolitur stellt die damit erzielte Oberflächenrauigkeit dar. Im Folgenden werden einige Rauigkeitsprofile

einer Syton-W-50 polierten Oberfläche vorgestellt. In Abschnitt 4.6 sowie im Anhang finden sich zum Vergleich Rauigkeitsprofile, welche an ionenpolierten sowie mechanisch (DPB) polierten Oberflächen gemessen wurden.

Alle Messungen der Oberflächenrauigkeit konnten einem Gerät der Fa. Tencor, Alpha Step 200, durchgeführt werden. Diese Apparatur dient zur Sichtbarmachung und Vermessung von Oberflächenstrukturen vornehmlich an Si - Scheiben. Zum besseren Verständnis des Arbeitsprinzips dient folgende kurze Erläuterung:

Ein Abtastfühler sitzt mit sehr geringem Auflagedruck auf der zu untersuchenden Oberfläche auf, welche an ihm in vorprogrammierbarer Weise vorbeibewegt werden kann. Dabei wird die Oberfläche mit Hilfe des Abtastfühlers verhältnismässig vergrössert registriert. Die Messergebnisse können als Kurven und Daten ausgedruckt werden. Der Abtastfühler war in diesem Fall eine Diamantnadel, der Auflagedruck betrug in der Regel 3 mg. Die Schreibgenauigkeit der Registrierung lag bei 0,4 μm in der Horizontalrichtung. Im empfindlichsten Bereich sollten laut Herstellerangabe Strukturelemente von ca. 5 $\text{\AA}$ in Vertikalrichtung (Bewegungsrichtung des Abtastfühlers) aufgelöst werden.

Der folgende Ausdruck zeigt ein typisches Profil einer Syton-W-50 polierten Oberfläche und soll etwas ausführlicher erklärt werden.

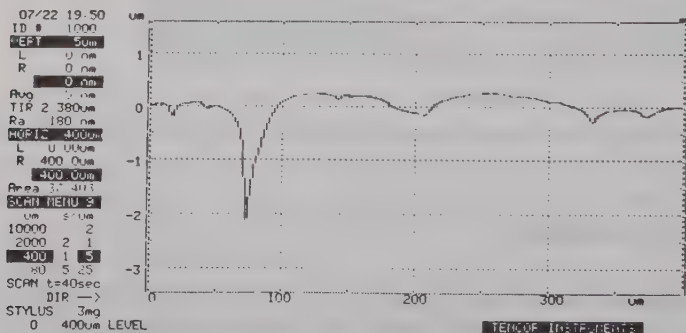


Abb. 10: Oberflächenstrukturen eines TM72 nach Syton - Politur.

Sämtliche Parameter, welche das Rauigkeitsprofil bestimmen, sind am linken Bildrand aufgeführt.

VERT (3. Zeile, auf verstärktem Grund) gibt die Gesamtlänge der Vertikalskala an (wird vom Gerät automatisch gewählt), hier 5 μm . L gibt die Profilhöhe an der Stelle des linken Cursors, R die Profilhöhe des rechten Cursors an. Die nächste Zeile (auf verstärktem Grund) zeigt den Unterschied zwischen den Profilhöhen der Stellen, an denen beide Cursors stehen. HORIZ (auf verstärktem Grund) ist die Gesamtlänge der abgetasteten Strecke in Horizontalrichtung, L und R die Cursorstellungen auf der Horizontalskala, darunter steht die Länge der Horizontalskala zwischen den Cursors. Die drei Zeilen unter SCAN MENU geben (auf verstärktem Untergrund) die gültigen Werte der Abtastbereiches und der Auflösung (Zahl der Messungen pro μm) an, in diesem Fall 400 μm Abtastbereich und 5 Messungen pro μm .

Mit diesem 400 μm langen Profil erhält man einen guten Eindruck der Oberfläche eines gesinterten, polykristallinen TM 72. Zwei topographische Strukturen lassen sich deutlich unterscheiden. Zum einen sind dies Porenräume mit bis zu 2 μm Tiefe, zum anderen Kristallitgrenzen mit einer Tiefe von rund 1/2 μm . Dazwischen liegen ebene Flächen, die eigentlichen Bereiche einzelner Kristallite. Ein weiteres Profil der gleichen Länge zeigt die Kristallite und ihre Grenzen noch deutlicher (Abb. 11). Auf der rechten Bildhälfte sieht man eine besonders grosse Pore. Aus beiden Profilen lässt sich die Kristallitgrösse recht einheitlich zu 60 - 70 μm bestimmen.

Insgesamt ist die Oberfläche sehr eben und gleichmässig, sie ist nur von Poren und Kristallitgrenzen unterbrochen. Es finden sich keine Strukturen, die aus der Oberfläche herausragen, wie Stufen oder Wellen.

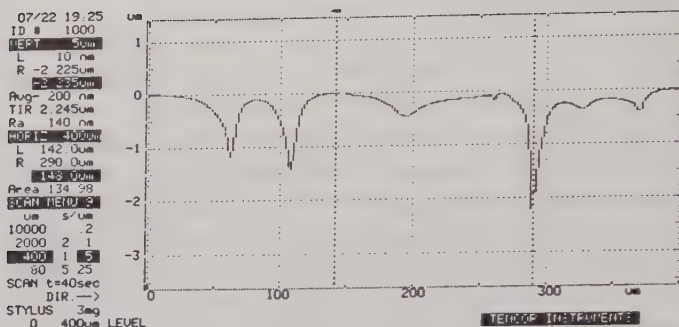


Abb. 11: Oberflächenrauhigkeit eines TM 72 nach etwa 10 min Syton - Politur.

Die nächsten Profile beschränken sich der Ausdehnung nach auf einzelne Kristallite. Abb. 12 zeigt ein nicht optimal poliertes Oberflächenstück, die Rauigkeit beträgt rund 12 nm. Meistens findet man eine Morphologie wie in Abb. 13 und 14. Die Mulde auf der rechten Bildseite in Abb. 13 rührt von einer Kristallitgrenze her. Die Rauigkeit beider Kristallitoberflächen beträgt rund 5 nm. In Abb. 14 wurde Rauigkeit entlang eines Profils punktweise überprüft, die maximale Abweichung zwischen den Cursors ergab sich zu 5 nm.

In diesem Rahmen von minimal 5 nm und maximal 10 - 12 nm liegen die Rauigkeitswerte sämtlicher angefertigter Profile. Als Vergleichswert wurde die Rauigkeit einer epitaktisch auf eine Si-Scheibe aufgetragenen Oxydschicht vermessen. Der Wert von etwa 12 nm ist in der Halbleitertechnik standardmässig erforderlich, bestätigt aber zugleich die hohe Qualität der TM 72 Oberfläche nach einer rund 10 minütigen Syton - Feinstpolitur.



Abb.12: Oberflächenstrukturen eines einzelnen Kristalliten. Die Erklärungen finden sich im Text.

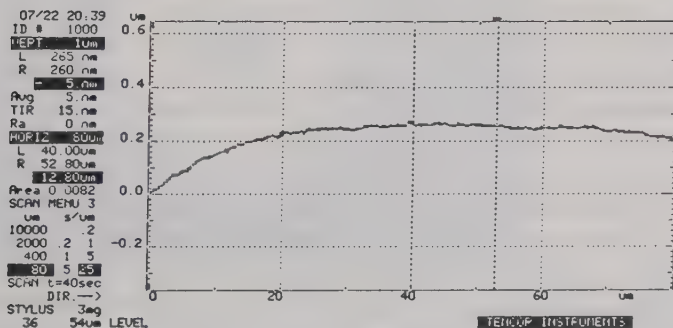


Abb. 13: Oberfläche eines TM 72. Cursordifferenz VERT 5 nm.

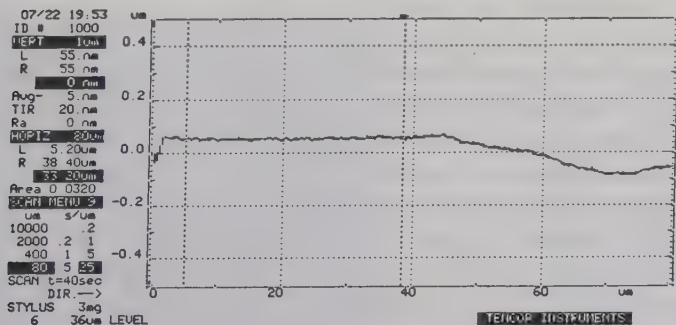


Abb. 14: Rauigkeit einer TM 72 Oberfläche. Sie wurde entlang eines Profils punktwise überprüft und ergab sich zu 5 nm.

4.4.3 Laue - Aufnahmen

Die bisherigen Untersuchungen lieferten keine Anhaltspunkte über eventuelle Gitterfehler der durch Syton / OP-S Politur beanspruchten Probenoberfläche. Es gibt drei wichtige Techniken zur Analyse der Kristallstruktur:

- (a) Elektronenbeugung
- (b) Neutronenbeugung
- (c) Röntgenverfahren

Die beiden Ersten scheiden wegen des grossen experimentellen und zeitlichen Aufwandes für den Rahmen dieser Arbeit aus. Von den Röntgenverfahren kommen nur die Einkristallverfahren in Frage. An einem Einkristall kann man röntgenographisch eine eventuell vorhandene zerstörte Oberflächenschicht (die amorph oder polykristallin ist) vom ungestörten Gitter unterscheiden.

Vor allem aufgrund seiner technischen Einfachheit ist die Laue - Aufnahme ein bequemes Verfahren , um die Existenz und Ausdehnung einer Beilby - Schicht nach mechanischer Beanspruchung zu analysieren (Kittel, 1969). Bei diesem Verfahren wird ein festorientierter Einkristall mit "weisser", polychromatischer Röntgenstrahlung be- oder durchstrahlt. Auf einem photographischen Film entsteht so ein Muster von Interferenzflecken, welches die Symmetrie des Kristalls in Be- oder Durchstrahlungsrichtung anzeigt. Bei der hier vorliegenden Untersuchung war der Film zwischen Probe und Röntgenquelle angeordnet, es wurde die reflektierte Strahlung ausgewertet. Zusätzlich kann bei der Laue - Technik der Einstrahlwinkel variiert werden. Dies bedeutet zugleich eine Variation der Eindringtiefe des Röntgenstrahls in die Probe. Bei kleinen Einstrahlwinkeln ist die Eindringtiefe senkrecht zur Oberfläche geringer. Auf diese Weise kann quasi ein Tiefenprofil bezüglich der Gitterqualität abgefahren werden . Für die Laue - Aufnahmen stand ein natürlicher Magnetit Einkristall zur Verfügung, welcher mir von Prof. Soffel freundlicherweise überlassen wurde.

Abb. 15 zeigt eine Laue - Aufnahme des Fe_3O_4 Kristalls mit einem steilen Einstrahlwinkel von 80° (bzgl. der Oberfläche). Die Aufnahme beweist, dass wirklich ein Einkristall vorliegt, ausser Magnetit lässt sich noch ein geringer Anteil einer Fremdphase erkennen (durch Vergleich mit der Laue - Aufnahme eines reinen Magnetits). Diese Fremdphase beeinflusst den Fortgang der Untersuchungen nicht.

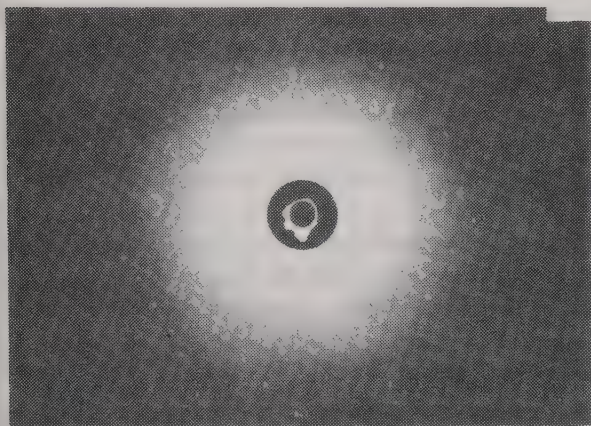


Abb. 15:
Laue - Aufnahme
eines Fe_3O_4
Einkristalls,
Syton poliert.
Einstrahlwinkel
 80° (bzgl. der
Oberfläche).

Die nächste Abbildung zeigt den gleichen Kristall bei einem Einstrahlwinkel von nur 10° . Dadurch werden vom Röntgenstrahl nur die obersten Bereiche des Volumens erfasst.

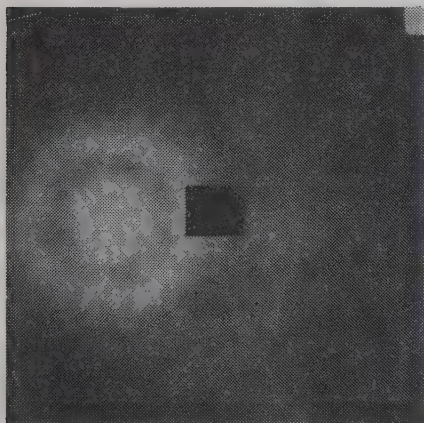


Abb. 16: Laue - Aufnahme des
 Fe_3O_4 . Einstrahl-
winkel 10° (bzgl.
der Oberfläche),
Syton poliert. Das
innere Ringsystem
ist vermutlich auf
eine Bestrahlung
des Trägermaterials
zurückzuführen.

Man erkennt noch einen Teil der ursprünglichen Einkristall - Interferenzflecken. Dazu zeigen sich Pulverringe, die durch die zum Teil verbreiterten Einkristallflecke verlaufen. Es muss sich folglich auf der Oberfläche noch Magnetit befinden, der nicht zum Einkristall zu zählen ist. Dies kann auf zweierlei Weise geschehen:

- (a) Als Beilby - Schicht gleichmässig auf der gesamten Oberfläche.
- (b) Als Pulverrest von der Politur herrührend in Poren und Rissen der Oberfläche, welcher trotz sorgfältiger Reinigung nicht entfernt werden konnte (magnetische Haftwirkung).

Falls sich nach der Feinstpolitur noch Reste von abgetragenen Probenmaterial auf der Oberfläche befinden, so müsste das mit der Transmissionselektronenmikroskopie abgeklärt werden können. Darauf wird im nächsten Abschnitt näher eingegangen (4.4.4). Über die Dicke einer möglicherweise nicht restlos entfernten Beilby - Schicht ist an dieser Stelle keine quantitative Aussage möglich. Die Eindringtiefe eines Röntgenstrahles hängt zum Einen von den Strahlcharakteristika, sowie auch in komplizierter Weise von Eigenschaften des bestrahlten Materials ab.

Die Laue - Aufnahme lässt an keiner Stelle erhöhten Untergrund erkennen. Dies deutet darauf hin, dass sich keine amorphen, glasartigen Anteile sowie kein Poliermittelrest auf der Oberfläche befindet. Aus diesem Grund kann eigentlich keine Beilby - Schicht (Definition!) mehr vorhanden sein. Es könnten aber lokale Brüche und damit Bildung von einzelnen Kristalliten (Pulverringe) in einer Schicht einer Dicke von wenigen Gitterkonstanten vorliegen.

4.4.4 Transmissionselektronenmikroskopie

Die Rauigkeitsmessungen (Abschn.4.4.2) ergaben für eine Oberfläche nach der Syton-W-50 Feinstpolitur Werte von 5 - 12 nm. Derart kleine Strukturen können optisch nur noch mit Hilfe der Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) aufgelöst werden. Da die Proben in der vorliegenden Form nicht durchstrahlt werden können, war eine spezielle Präparationstechnik erforderlich. Es musste ein Abdruck der Oberfläche angefertigt werden, welcher anschliessend in Transmission betrachtet werden kann.

Dazu wurde die Probenoberfläche, ein TM 70, als erstes unter einem Winkel von 45° mit Platin / Kohle (Pt / C) schrägbedampft. In einem Hochvakuum von rund 10^{-4} Pa wird so ein insgesamt 10 Å dicker Pt / C Film erzeugt. Um den Abdruck zu stabilisieren wird anschliessend mit Pt / C bis zu einer Schichtdicke von 50 - 70 Å senkrecht bedampft. Die Probe wird dann in HCl aufgelöst und die Replika daraufhin abflotiert. Nach sorgfältiger Reinigung kann die Replika auf den Probenträger, ein feines Kupfernetz, aufgebracht und im TEM betrachtet werden (Vali, mündliche Mitteilung; dazu auch Schimmel, 1969). Die folgenden Studien konnten an einem TEM, Jeol 100 Cx der Fa. Kontron, des Instituts für Technische Chemie der TU München durchgeführt werden. Es wurde bei Vergrösserungen von 5.000 - 50.000 x gearbeitet.

Abb. 17 zeigt ein Gebiet der Oberfläche, in dem mehrere Kristallite aneinandergrenzen. Die deutlich variierende Oberflächengüte spiegelt die unterschiedliche Orientierung der Kristallite wieder. Hier spielt bereits die (mehr oder weniger dichte) Anordnung der einzelnen Ionen im Kristallgitter eine Rolle. Eine weniger dichte Bepackung einer Kristallfläche zieht eine schlechtere (maximal erreichbare) Oberflächengüte der Feinstpolitur nach sich. Dies ist am Kristallit links unten deutlich zu beobachten (Abb. 17). Die Oberfläche dieses Kristallits kann auch durch eine weitere Feinstpoliturstufe mit geringerer Korngrösse kaum mehr verbessert werden. Bei den beiden anderen Kristalliten wurden sehr dicht bepakte Flächen angeschnitten, weswegen sich die

Oberfläche als bedeutend glatter präsentiert.

1031819

750 nm

Abb. 17: Oberfläche eines TM 70 mit TEM, 10.000 x .

5031881

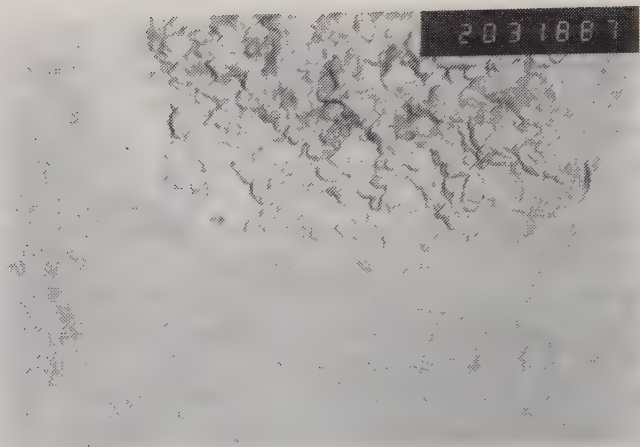
200 nm

Abb. 18: Oberfläche eines TM 70 mit TEM, 50.000 x, ein Ausschnitt aus Abb. 17.

Die Oberfläche erweist sich nach der Syton-W-50 Feinstpräparation grundsätzlich als extrem gleichmässig glatt poliert (mit obiger Einschränkung). Abb. 18 zeigt einen Ausschnitt aus Abb. 17 bei höherer Vergrösserung. Links der Bildmitte stossen die drei Kristallite aneinander. Sie werden von verschiedenen, kristallographischen Versetzungslinien getrennt. Die nach rechts verlaufende Linie könnte eine Schraubenversetzung darstellen. Die ausgezeichnete Sichtbarkeit derartiger Gittereigenschaften schliesst die Anwesenheit einer stark beanspruchten oder gar völlig zerstörten Oberflächenschicht grösserer Dicke eigentlich aus. Bei maximaler Vergrösserung können Einzelheiten bis rund 5 - 10 nm gut aufgelöst werden, das heisst auch Fehler bis zu dieser Grössenordnung erkannt werden. 5 - 10 nm entsprechen andererseits nur 5 - 10 Gitterkonstanten. Aus der scharfen und exakten Ausbildung der erkennbaren Oberflächenstrukturen lässt sich ableiten, dass das Gitter nur Fehler unterhalb obiger Grenzen aufweisen kann. Dies wird andererseits durch die Laue - Aufnahmen bestätigt. Die dunklen Punkte in Abb. 18 könnten von einzelnen Syton - Kügelchen herrühren, die nach der Feinstpolitur nicht von der Oberfläche entfernt wurden. Es sind aber keinerlei Pulverreste des Probenmaterials auf der Oberfläche erkennbar.

Abb. 19 zeigt eine einzelne Pore, welche mit kleinen, runden Teilchen gefüllt ist. Die relativ einheitliche Grösse und die runde Form lassen den Schluss zu, dass es sich um Syton - Kügelchen handelt. Politurmittelreste in Poren oder Rissen der Probenoberfläche wirken sich auf die Untersuchungen der Bereichsstruktur jedoch nicht negativ aus.

Letztendlich bestätigen die TEM - Bilder die hohe Qualität einer Syton - feinstpolierten Oberfläche, was sich schon durch die Ergebnisse der Rauigkeitmessungen und die Laue - Aufnahmen andeutete.



— 500 nm

Abb. 19: Eine mit Syton - Teilchen gefüllte Pore, 20.000 x .

4.4.5 Bitter - Methode

Die Feinstpolitur muss alle durch die Oberflächenpräparation verursachten Verspannungen vollständig entfernen. Besonders wichtig ist dies (wie weiter oben erläutert) an Ti - reichen Titanomagnetiten. Am besten und zugleich einfachsten gelingt der Nachweis einer in dieser Hinsicht erfolgreichen Feinstpolitur mit der Bitter - Technik.

Zu diesem Zweck wird die Probenoberfläche mehrmals mit Syton / OP-S feinstpoliert. Wenn mit der nach jedem Polierschritt folgenden Kontrolle mit der Bittertechnik keine Veränderung des Streifenmusters mehr festzustellen ist, so ist anzunehmen, dass es sich um die Volumenstrukturen handelt (dazu dient auch ein Vergleich mit der Literatur, zum Beispiel Halgedahl, 1987a).

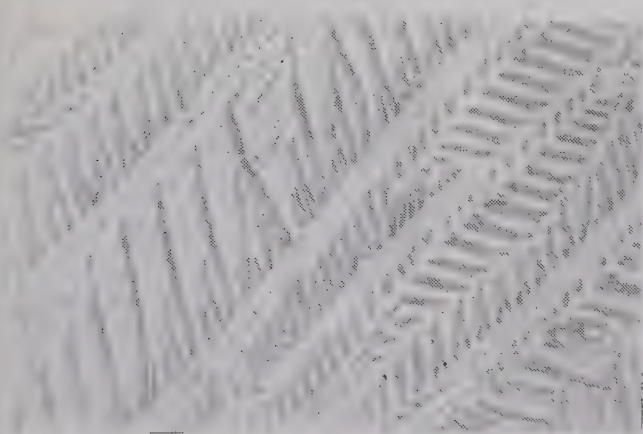
Erste Versuche wurden an weniger spannungsempfindlichem Material, dem Magnetit, unternommen. Abb. 20 zeigt die Bereichsstruktur des Magnetits. Man sieht die klassische Ausbildung der Domänen, so zum Beispiel gerade 71° , 109° und 180° Wände. Es sind aber auch noch Spannungsstrukturen zu erkennen. Die leichte Richtung der

Magnetisierung liegt nahezu parallel zur Oberfläche. Abb. 21 zeigt perfekt ausgebildete Bereichsstrukturen. Die Verspannungen, hervorgerufen durch die Präparation, sind von der Syton / OP-S Politur vollständig entfernt worden. Auch ist die Oberfläche frei von Kratzern oder Löchern. Die Struktur der Domänen ist hier relativ kompliziert, da die leichte Richtung der Magnetisierung schräg zur Oberfläche liegt. Dass es sich wirklich um echte Bitterstreifen als Begrenzung der Weiss'schen Bezirke handelt, lässt sich anhand von Wandbewegungen beim Anlegen kleiner äusserer Magnetfelder überprüfen.



10 µm

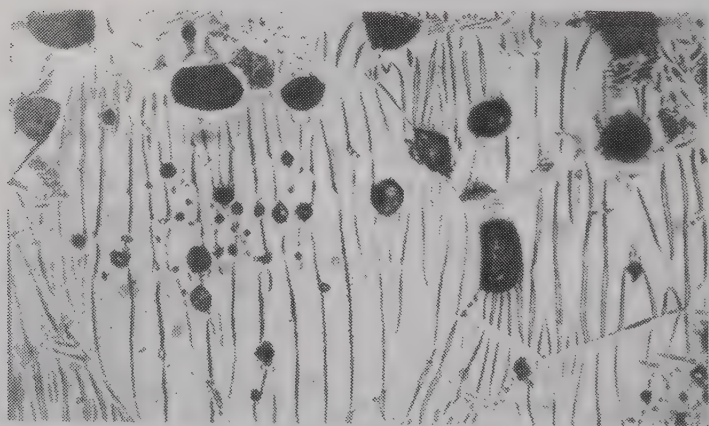
Abb. 20:
Bitterstreifen
am natürlichen
Magnetit nach
10 - 15 min
Syton Politur.



10 µm

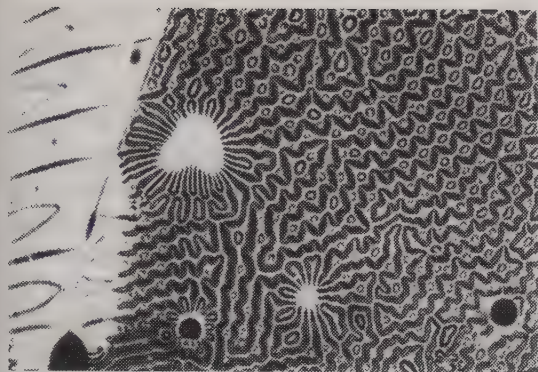
Abb. 21:
Perfekt ausge-
bildete Bit-
terstreifen,
die Verspan-
nungen sind
vollständig
entfernt.
Natürlicher
Magnetit.

Im nächsten Schritt wurde die Bittertechnik an synthetischen Ti-reichen Titanomagnetiten getestet. Abb. 22 zeigt die Bereichsstruktur eines TM 70. Man erkennt mehrere Kristallite und sich deutlich abzeichnend deren Korngrenzen. Die Domänen weisen die für dieses Material typischen Eigenschaften wie gekrümmte Wände oder Abschlussbereiche auf. Nur am oberen Bildrand sind lokal noch Spannungsstrukturen vorhanden. Die Bitterstreifen zeichnen sich hier und ebenso in Abb. 23 durch ihre Schärfe und Fehlerfreiheit aus. Sie sind durch keinerlei Präparationseffekte gestört. In Abb. 23 zieht sich in der linken Bildhälfte eine Kristallitgrenze von oben nach unten. Links davon liegt die leichte Richtung der Magnetisierung etwa in der Oberfläche, rechts steht sie senkrecht dazu. Es bilden sich die dafür charakteristischen gewellten Wände und dazwischen spikeförmige Abschlussbereiche. Mehrere radialförmige Strukturen werden von Spannungen knapp unter der Oberfläche befindlicher Poren verursacht.

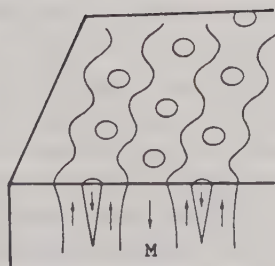


— 50 µm

Abb. 22: Bereichsstrukturen (Bitterstreifen) eines TM 70 nach etwa 10 min Syton - Politur.



(a) ————— 20 μm



(b)

Abb. 23: a) Bitterstreifen auf TM70 (M senkrecht zur Oberfläche).
b) Modell der Bereichsstruktur (aus Halgedahl, 1987a).

Schliesslich gelang auch an natürlichen Titanomagnetiten die Sichtbarmachung der magnetischen Domänen. Es war allerdings eine längere Polierdauer als bei synthetischen Proben notwendig. Abb. 24 zeigt mehrere TM - Körner in basaltischer Matrix (Nr. 202). An einigen Stellen sind wenig gekrümmte, parallele Wände ausgebildet, die sich teilweise im Inneren der Kristallite auflösen. Zumeist findet sich allerdings aufgrund der Spannungsdominanz der Anisotropie eine sehr komplizierte Bereichsstruktur (Appel, 1983). Der Vergleich mit Halgedahl (1987a) oder Appel (1983) zeigt, dass mit Syton/OP-S auch natürliche Titanomagnetite jeglicher Korngrösse optimal glatt und spannungsfrei poliert werden.



Abb. 24:
Bitterstreifen auf natürlichen Titanomagnetitkörnern (helle Flächen).
Man erkennt selten einfache, 180° Wände (linkes Korn). Probe Nr. 202.

————— 20 μm

4.4.6 Kerrdrehung, Kerrelliptizität

Martens et al. (1983, 1984) bestimmten an synthetischen Mn - Zn - Ferriten ($\text{Mn}_{0,4}\text{Zn}_{0,3}\text{Fe}_{2,3}\text{O}_4$) die Kerrdrehung und Kerrelliptizität in Abhängigkeit von der Frequenz unter Anwendung des polaren magnetooptischen Kerreffektes. (zur Theorie des Kerreffektes siehe Abschn. 5.1). Die Kombination von Kerrdrehung und Kerrelliptizität liefert quantitative Aussagen über die Existenz und Dicke einer paramagnetischen (also zerstörten) Oberflächenschicht (Beilby-Schicht) nach der Feinstpräparation. Sämtliche Proben wurden zuerst Syton - feinstpoliert. Als Referenz diente eine Probe, welche zusätzlich 1 Std. im Vakuum bei 700°C gegläht wurde. Somit war sichergestellt, dass jegliche paramagnetische Schicht quantitativ entfernt wurde. Anschliessend wurde die Kerrdrehung und Kerrelliptizität an der geglähten und den Syton - polierten Proben bestimmt. Abb 25 zeigt die Kerrelliptizität als Funktion der Frequenz an beiden Proben.

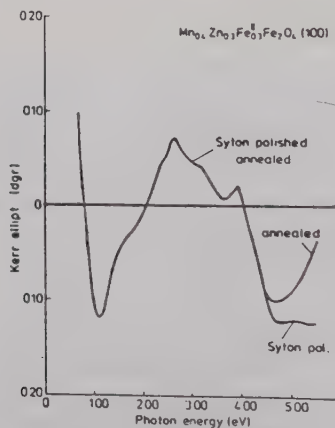


Abb. 25:

Mn-Zn Ferrit. Kerrelliptizität in Abh. von der Frequenz bei Syton - polierter und geglähter Oberfläche (verändert; aus Martens et al., 1984).

Die beiden Spektren stellten sich mit Ausnahme von Energien oberhalb 4,5 eV als identisch heraus. Modellrechnungen unter Zuhilfenahme des Spektrums der Kerrdrehung erklären nach Ansicht der Autoren diese Abweichungen mit einer Oberflächenrauigkeit von etwa 3.5 nm, sowie mit zu vernachlässigenden Resten einer paramagnetischen Schicht nach einer Politur mit amorphem SiO_2 .

Abweichungen von der Elliptizitätskurve einer geglühten Probe zeigen also die Anwesenheit einer paramagnetischen Oberflächenschicht an. Physikalisch führt nämlich eine Beilby - Schicht dazu, dass das Licht weniger tief in das unbeanspruchte, magnetische Ferritgitter eindringen kann (Absorption). Kerrdrehung und Kerrelliptizität werden dadurch in charakteristischer Weise vermindert. Bei genügender Dicke der Beilby - Schicht wird der magnetooptische Kerreffekt schliesslich völlig verhindert. Die Ähnlichkeit der kristallographischen und magnetischen Eigenschaften beider Spinelle erlaubt es, die Ergebnisse der Kerrdrehung und Kerrelliptizität in gewissen Grenzen auf die Titanomagnetite zu übertragen. Die Rauigkeit von 3,5 nm entspricht etwa dem am TM 72 gefundenen Wert (Abschn. 4.4.2). Die Vorhandensein von Resten einer paramagnetischen Schicht wurde schon nach den Laue - Aufnahmen vermutet und würde hiermit eine weitere Bestätigung finden. Die Autoren machen keine Angaben über die Dicke dieser Schicht, sie sprechen nur von " residual damage ". Der Vergleich mit der Ionenätzung weist auf eine sehr viel geringere Ausdehnung hin (wenige Gitterkonstanten, vielleicht nur lokal) (Abschn. 4.6).

Nach Ansicht der Autoren kann die Qualität der Syton - polierten Oberfläche demzufolge annähernd mit der Güte einer thermisch polierten Oberfläche gleichgesetzt werden.

4.5 Funktionsweise der Feinstpolitur

Es gibt zwei prinzipielle Möglichkeiten der Politurwirkung.

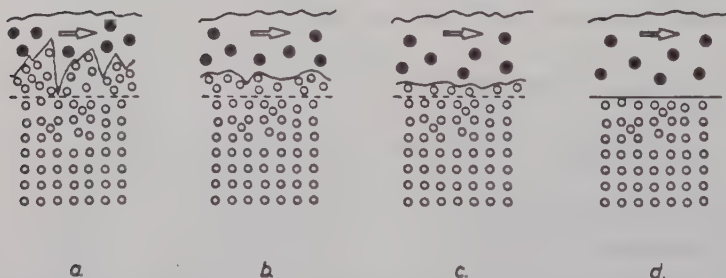
- (a) rein mechanisch
- (b) chemisch - mechanisch

Bisher wurde eher die rein mechanische Wirkung vertreten (Hoffmann et al., 1987b). Damit sind aber einige Oberflächenstrukturen nicht erklärbar, die mit TEM beobachtet werden konnten. Auf keinen Fall sind auf rein mechanischem Wege mit derartig kleinen Teilchen (ϕ 125nm) die notwendigen und auch registrierten hohen

Abtragungsraten erreichbar. Dazu kommt, dass diese Abtragungsraten für unterschiedlichste Materialien gelten.

Um nahezu ungestörtes Kristallgitter an der Oberfläche zu gewährleisten, muss die durch die Vorpräparation zerstörte Schicht vollständig entfernt werden. Nach der DPB - Vorpolitur beträgt die Dicke der abzutragenden Schicht rund $4\text{ }\mu\text{m}$ (4 - faches der Korngrösse; Wolf, mündliche Mitteilung). Dieser Wert ist gewissen Schwankungen unterworfen, bedingt durch die Eigenschaften des Materials.

Eine mögliche Erklärung für den Poliererfolg von Syton / OP-S könnte eine chemisch - mechanische Kombinationswirkung sein. Die SiO_2 - Kügelchen sind rund und amorph, können folglich während des Politurvorgangs keine neuen Kratzer auf der Oberfläche verursachen. Sie tragen nur das von der DPB - Politur erzeugte "Gebirge" ab. Diese Schicht wird graduell dünner und schliesslich fast vollständig entfernt (Abb. 26). Die SiO_2 - Teilchen selbst sind sehr stabil und reaktionsträge. Irgendeine chemische Reaktion mit der Probenoberfläche ist nicht zu erwarten.



• Amorphe SiO_2 - Teilchen

○ Gitter - Ionen

Abb. 26a-d: Der mechanische Teil der Syton / OP - S Politur.

Nun ist Syton / OP - S alkalisch mit einem pH - Wert von 9 - 10. Es stehen also genügend OH^- - Ionen zur Verfügung, welche mit der Oberfläche des zu polierenden Materials reagieren können. McIntosh und Paquin (1980) vermuten, dass alkalische SiO_2 - Hydrosole die Formation von Hydroxyl - Gruppen fördern.

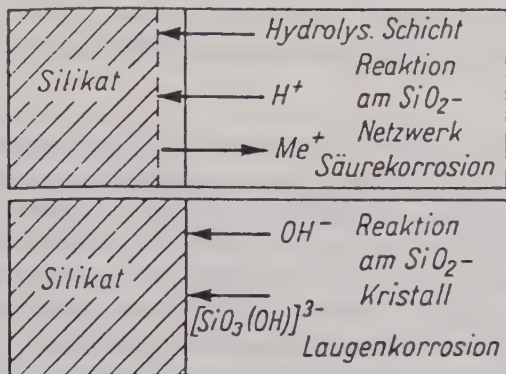


Abb. 27: Das Prinzip der Säure- und Laugenkorrosion am Silikat
(aus Zimmermann und Günther, 1975).

In der Werkstoffkunde sind derartige Reaktionen unter dem Prinzip der Säuren - und Laugenkorrosion bekannt (Abb. 27). Im Fall der Laugenkorrosion nimmt man an, dass sich Hydroxyl - Gruppen nicht nur an Silikatoberflächen, sondern auch an anderen Materialien bilden können. Das Geheimnis der Politurerfolges könnte demnach in der Formation mechanisch (wie oben beschrieben) leichter entfernbarer Zwischenprodukte liegen. Gestützt wird diese Vermutung durch die Tatsache, dass die Zugabe von NaOH die Politurwirkung der Suspension deutlich erhöht. Die Konsequenz ist, dass die Bildung von Hydroxyl - Gruppen verstärkt wird und man folglich eine höhere Abtragungsrate erzielt.

Erleichtert wird der Angriff der OH^- - Ionen von der nach der DPB - Vorpräparation gegebenen Rauigkeit. Dazu kommt, dass die Beilby - Schicht zum Teil glasartig sowie als Zusammenbackung von

Mikrokristalliten vorliegt, welche keine gute Verbindung zum darunterliegenden, weniger beanspruchten Gitter haben. Als Folge davon bemerkt man anfangs eine hohe Abtragungsrate, welche mit zunehmender Polierzeit abnimmt. Tiefergehende Präparationsfehler sind immer schwieriger entfernbar, da bereits das unzerstörte, nur verformte Gitter abgetragen werden muss. Diese Aussagen sind stets unter der Voraussetzung zu sehen, dass die Syton / OP - S Feinstpolitur keine eigenen Verspannungen erzeugt, einzig die vorhandenen entfernt.

Eine chemisch - mechanische Kombinationswirkung der Syton / OP-S Feinstpolitur kann die an Titanomagnetiten beobachtete perfekte, spannungsfreie Oberfläche und auch die notwendige, hohe Abtragungsrate gut erklären. Es ist durchaus möglich, dass noch weitere chemische Reaktionen an der Oberfläche stattfinden als die oben beschriebenen. Deren Reaktionsprodukte werden aber vollständig auf mechanischem Wege entfernt. Gemeinsam ist diesen Produkten, dass sie sehr schwer nachzuweisen sind (amorph, kolloidal, komplexe Verbindungen, eventueller sofortiger Zerfall bei der Abtragung). In dieser Richtung selbst durchgeführte Versuche brachten kein Ergebnis.

4.6 Güte der Syton / OP - S polierten Oberfläche im Vergleich mit der Ionenpolitur

Im Folgenden werden die Eigenschaften einer Syton-W-50 polierten Oberfläche denen einer ionenpolierten Oberfläche gegenübergestellt. Die Dauer der Ionenpolitur betrug 12 Stunden. Als Testprobe diente jeweils ein TM 70. Abb. 28 und 29 geben alle Charakteristika einer ionengeätzten Oberfläche wieder.

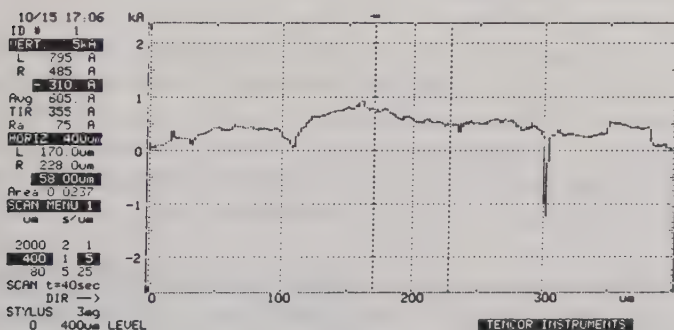


Abb. 28: Rauigkeitsprofil nach der Ionenätzung.

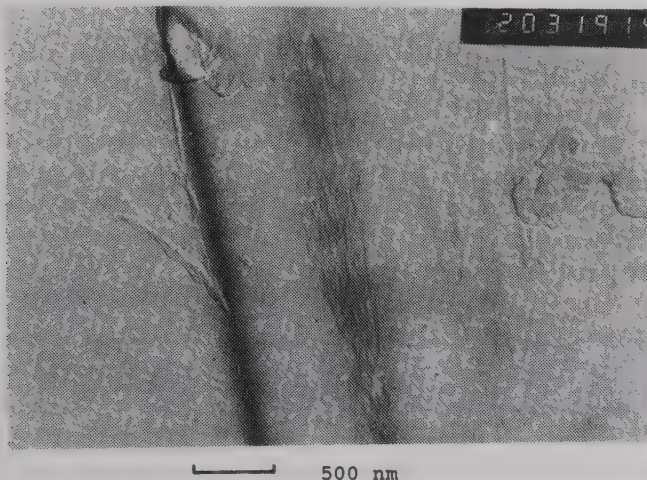


Abb. 29: TEM - Aufnahme einer ionengeätzten Oberfläche. 20.000x.

Abb. 28 zeigt, dass durch den Beschuss mit Ionen kein gleichmässiger Abtrag erzielt wird. Die Oberfläche weist eine sehr starke Morphologie auf. Man erkennt einige tiefere Poren, sowie Korngrenzen. Dazwischen bauen sich "Hügel" und sogar Stufen (Bildmitte) auf. Letztere resultieren aus Härteunterschieden der Kristallite, welche hier aneinandergrenzen. Es ist praktisch keine ebene Fläche vorhanden. Zahlreiche Rauigkeitsprofile ergaben für die Ionenpolitur Werte von durchschnittlich 50 - 100 nm, bestenfalls fanden sich lokal 20 - 25 nm.

Bestätigt wird dieses Bild von den TEM - Aufnahmen (Abb. 29). Durch die Bildmitte ziehen zwei stufenförmige Versetzungslinien. Nur in der linken Bildhälfte findet sich ein Bereich mit relativ glatter Oberfläche. Im Anhang sind noch weitere Rauigkeitsprofile und TEM - Bilder von Syton / OP - S, Ionen - und zum Vergleich nur mechanisch polierten Proben zu finden.

Ein sehr interessantes Ergebnis fanden Martens et al. (1983, 1984) mit ihren Messungen der Kerrdrehung und Kerrelliptizität (siehe auch 4.4.6). Ein Vergleich der Spektren von thermisch-, Syton - und ionenpolierten Proben zeigte, dass der Beschuss durch Argon - Ionen zwar die ursprüngliche Beilby - Schicht entfernt, durch die Ionenpolitur selbst wird aber eine neue paramagnetische Schicht erheblicher Dicke erzeugt (abhängig von den Sputterbedingungen). Eine Schichtdicke von 10 - 40 nm entsteht am Mn - Zn - Ferrit bereits nach 40 - 60 min. Ionenätzung. Abb. 30 zeigt die Änderung der Kerrelliptizität mit zunehmender Dauer der Ionenpolitur. Auch an Titanomagnetiten ist eine derartige , durch die mechanische Wirkung (Aufprall) der Ionen erzeugte Schicht zu erwarten.

Es ist klar ersichtlich, dass diese Eigenschaften der ionengeätzten Oberfläche die Anwendung des magnetooptischen Kerreffektes verhinderten. Die Bittertechnik war möglich, da die Streufelder meist stark genug sind, um die paramagnetische Schicht zu durchdringen. Tab. 6 stellt in einem Überblick die Ionenpolitur der Sytonpolitur gegenüber.

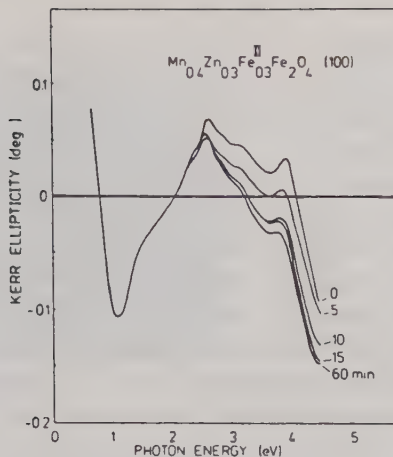


Abb. 30: Kerrelliptizität bei zunehmender Dauer der Ionenpolitur
(aus Martens et al., 1983) (0 = Sytonpoliert).

Parameter, Prüfmethode	Syton / OP - S	Ionenpolitur
(1) Rauigkeit	5 - 12 nm.	50 - 100 nm, mindestens 25 nm.
(2) TEM - Analyse	sehr glatt, eben, gleichmässig.	deutliche Morpho- logie, ungleich- mässig.
(3) Laue - Aufnahme	mögliche Reste einer Beiby - Schicht, wenige nm, lokal.	
(4) Bitterstreifen	klare, ungestörte Bitterstreifen.	Bitterstreifen sind gestört und fehlen zum Teil.
(5) Kerddrehung, Kerrelliptizität	"residual damage", Reste einer paramag- netischen Schicht, lokal.	bei längerer Po- lierdauer para- magnetische Schicht erheb- licher Dicke.

Tab. 6: Eigenschaften von Syton - und Ionenpolitur.

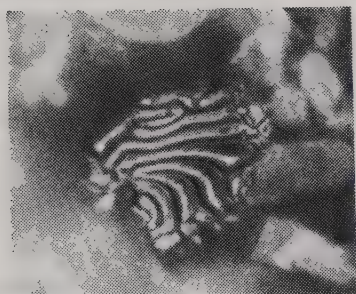
4.7 Konsequenzen der Syton / OP - S Feinstpolitur

4.7.1 Vereinfachung und Verbesserung der Bittermethode

Die chemisch - mechanische Politur mit amorphem SiO_2 ermöglicht es, Untersuchungen der magnetischen Mikrostruktur zukünftig auf ganz einfache Weise durchzuführen. Man benötigt ausser der gängigen Vorpräparation nur etwas Poliermittel sowie die zugehörige Polierscheibe. Nach 5 - 15, längstens 45 Minuten Feinstpolitur können die Bitterstreifen im Auflichtmikroskop beobachtet und interpretiert werden. Die technisch - und zeitaufwendige Ionenpolitur kann vollständig entfallen.

Man läuft keine Gefahr, kleine Teilchen durch Herausbrechen aus der Matrix während der Politur zu verlieren. Die OP - S / Syton Feinstpolitur ist an allen Gesteinen, also auch an den darin befindlichen (magnetischen) Mineralen mit Erfolg anwendbar. Die Bittertechnik kann auch in einfacher Weise zur Identifikation magnetischer Minerale (insbesondere der Ferrite) in Gesteinen anhand der Form und Grösse der Domänen verwendet werden.

Abgesehen von der Vereinfachung der Technik bringt die Politur auch eine Verbesserung der Qualität der Bitterstreifen mit sich. Dies ist zum einen auf das Fehlen jeglicher Oberflächenstrukturen zurückzuführen. Die feinen, von Appel (1983) als " submikroskopische Strukturen " bezeichnete "Pseudobitterstreifen" werden nicht mehr beobachtet. Die Bitterstreifen erscheinen auf synthetischen Proben in gleichmässig hoher Qualität und exakter, ungestörter Ausbildung auf der gesamten Fläche. Auch auf natürlichen Titanomagnetiten findet man jetzt etwas häufiger einfache, parallele Wände (Abb. 31). Grund dafür dürfte die bisher durch die Ionenpolitur erzeugte paramagnetische Schicht nicht unerheblicher Dicke sein, welche von den schwachen Streufeldern nicht durchdrungen werden konnte. Bitterstreifen konnten somit nicht entstehen. Das fast vollständige Fehlen dieser Schicht ist auch der Grund für die allgemein hohe Qualität der Bitterstreifen nach der OP-S / Syton Politur.

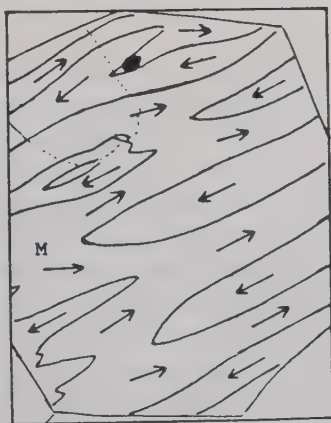


20 μm 

Abb. 31:
Bereichsstruktur eines natürlichen Titanomagnetitkorns. Die schwarzen Linien stellen die Bitterstreifen dar.
Probe Nr. 215.



(a)  20 μm



(b)

Abb. 32 a: Bitterstreifen auf TM 70, ein einzelner Kristallit.
b: Modell der Bereichsstruktur. (M $\parallel$ Oberfläche).

Obige Abbildung zeigt die Domänen eines einzelnen Kristalliten. Interessant ist das Faktum, dass einige Bitterstreifen in 2 oder 3 Linien aufgespalten zu sein scheinen. Exakte Aufklärung des an dieser Stelle wiederholt beobachteten Phänomens, das heisst der inneren Struktur der Blochwände, kann vielleicht die Rasterelektronenmikroskopie (siehe Abschn. 2.3) bringen.

4.7.2 Voraussetzung für die Anwendung der Kerrtechnik

Als völliges Novum in der Gesteinsmagnetik erlaubt die OP - S / Syton - Politur die Anwendung des magnetooptischen Kerr - Effektes zur Beobachtung der Bereichsstruktur synthetischer und natürlicher Titanomagnetite (Hoffmann et al., 1987a, 1987b, 1988). Trotz der technischen Einfachheit der Politur erreicht man die notwendige, ausserordentlich hohe Oberflächengüte. Dies ist nur eine, allerdings sehr wichtige Bedingung für die Anwendung des Kerr - Effektes. Über die weiteren Voraussetzungen und die Realisation wird im nächsten Abschnitt berichtet.

5. Sichtbarmachung magnetischer Domänen mit dem magnetooptischen Kerr - Effekt

Im folgenden Abschnitt wird die Theorie und die Technik der magnetooptischen Effekte kurz beschrieben. Sehr gute und ausführliche Darstellungen der Theorie finden sich zum Beispiel in Schütz (1936) oder v. Laue (1928), aus neuerer Zeit auch in Freiser (1968) oder Metselaar (1976). Einen guten Überblick über bisherige Arbeiten in der Magnetooptik bieten Palik und Henvis (1967). Kranz und Hubert (1963) befassen sich vor allem mit der Technik des Kerr - Effekts. Der zweite Abschnitt widmet sich der Kerr - Apparatur des Instituts für WW VI der Universität Erlangen, wie sie von Schmidt (1986) entwickelt und realisiert wurde. An dieser Apparatur konnten alle im Weiteren beschriebenen magnetooptischen Untersuchungen durchgeführt werden.

5.1 Grundlagen der Kerr - Technik

5.1.1 Theorie des magnetooptischen Kerr - Effekts

Die Beobachtung magnetischer Bereichsstrukturen im polarisierten Licht beruht auf einer schwachen Wechselwirkung zwischen dem E-M Feld des Lichts und der Magnetisierungsrichtung, dem Kerr - bzw. Faraday - Effekt. Beim Faraday - Effekt handelt es sich um die Wechselwirkung, die beim Durchgang durch ein optisch transparentes Medium auftritt, während man bei der Reflexion vom Kerr - Effekt spricht. Der allgemein schwächere Kerr - Effekt ist im Gegensatz zum Faraday - Effekt also auf jedes magnetische Medium anwendbar. Man unterscheidet zwischen polarem, longitudinale und transversalem Kerr - Effekt. Im Weiteren wird der Faraday - Effekt nicht mehr behandelt, da die Untersuchungen ausschliesslich mit dem Kerr - Effekt durchgeführt wurden. Für die einzelnen Kerr - Effekte gilt nach Abb. 33:

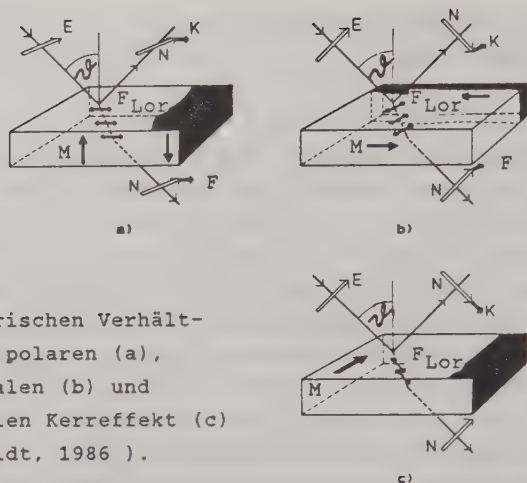


Abb. 33: Die geometrischen Verhältnisse beim polaren (a), longitudinalen (b) und transversalen Kerreffekt (c) (aus Schmidt, 1986).

- (1) Polarer Kerr - Effekt: Magnetisierung M ist senkrecht zur Oberfläche
- (2) Longitudinaler Kerr - Effekt : Magnetisierung M liegt in der Oberflächenebene und ist parallel zur Einfallsebene ($\simeq$ Einfallswinkel)
- (3) Transversaler Kerr - Effekt: Magnetisierung M liegt in der Oberflächenebene und ist senkrecht zur Einfallsebene.

Ohne Einwirkung der Magnetisierung der Probe würde linear polarisiertes Licht (E in Abb. 33) ohne Veränderung reflektiert (Normalanteil N). Dies beruht darauf, dass die Einfallsebene die Symmetrieebene darstellt. Sobald das magnetische Feld der Probe hinzutritt, entfällt diese Bedingung. Anschaulich kann dies mit der Wirkung der Lorentz - Kraft (F_{Lor}) erklärt werden. Die Elektronen des Materials treten mit dem E - Vektor des linear polarisierten Lichtstrahles in Wechselwirkung und werden zum Schwingen längs der Polarisationsrichtung angeregt. Zusätzlich zur regulären Komponente N des reflektierten Lichtes, die in derselben Polarisationsrichtung liegt, wird durch die Lorentz - Kraft eine schwache Komponente K induziert, die senkrecht sowohl zur Magnetisierungsrichtung als auch zur Schwingungsebene des

einfallenden Strahls orientiert ist. Wenn die Schwingungsrichtung dieser Kerr - Komponente K senkrecht zur Richtung des reflektierten Strahls steht, so resultiert i. A. eine Drehung der Polarisationssebene des Lichtes, die sogenannte Kerrdrehung θ_K . Zusätzlich schwingt das Licht dann elliptisch (metallische Reflexion am absorbierenden Medium), was als Kerrelliptizität ϵ_K bezeichnet wird.

Die Kerrdrehung θ_K und die Kerrelliptizität ϵ_K weisen in erster Näherung eine lineare Abhängigkeit von der Sättigungsmagnetisierung des Materials auf (bei gegebener Frequenz ν des Lichtes und fester Temperatur T). Beim polaren Kerr - Effekt findet man die stärkste magnetooptische Drehung bei senkrechtem Lichteinfall, während beim longitudinalen und transversalen Kerr - Effekt der einfallende Strahl gegen die Oberfläche geneigt sein muss, da bei senkrechtem Einfall kein Effekt eintritt. Die Kerramplitude K ist im Vergleich zur normalreflektierten Amplitude N sehr klein, $K / N \approx 10^{-3}$. Es müssen also einige besondere Bedingungen erfüllt sein, um diesen Effekt ausnutzen zu können.

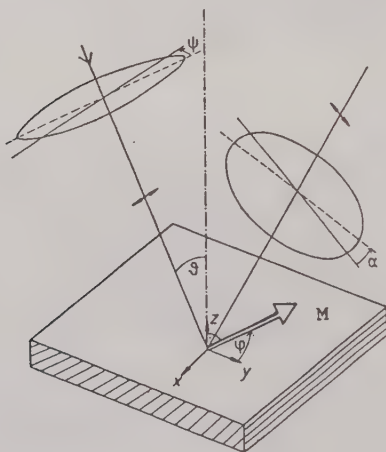
5.1.2 Beobachtung mit dem Kerr - Effekt

Nach obigen Betrachtungen setzt sich also der von einer magnetischen Oberfläche reflektierte Strahl aus zwei Anteilen zusammen:

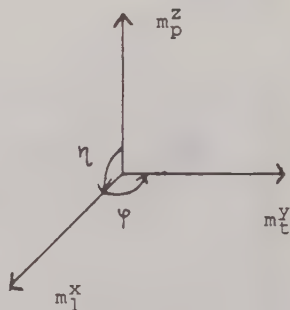
- 1.) dem normal reflektierten Anteil N , den man aus den optischen Konstanten der beteiligten Materialien berechnen kann und
- 2.) einem zusätzlichen, kleinen kohärenten Anteil, der eine lineare Funktion des Magnetisierungsvektors der Probe ist. Dieser Anteil ist die Kerramplitude K .

Die Probe sei in zwei Bereiche mit antiparalleler Magnetisierung aufgeteilt. Von dem einem Bereich wird die Amplitude $N + K$, von dem anderen $N - K$ reflektiert. Mit geeigneter Analysatorstellung wird eine der beiden Amplituden ausgelöscht, so dass sich ein hell - dunkel Kontrast ergibt. Der Einfluss der Magnetisierung

auf den Polarisationszustand des Lichtes lässt sich durch den polaren, longitudinalen und transversalen Kerr - Effekt beschreiben. Die auftretenden geometrischen Verhältnisse sind in Abb. 34a und b skizziert.



(a)



(b)

Abb. 34a, b: Die geometrischen Verhältnisse des Kerr - Effektes
(a nach Rave, 1985).

Es gelten folgende Bezeichnungen:

- ϑ : Einfallswinkel des Lichtes
- ψ : Polarisatorstellung, $\psi = 0^\circ \perp$ zur Einfallsebene
- α : Analysatorstellung, $\alpha = 0^\circ \parallel$ zur Einfallsebene
- φ, η : Richtungswinkel des Magnetisierungsvektors
- $m_p = \eta = 0^\circ$; polare, longitudinale und trans-
- $m_l = \eta = 90^\circ$; $\varphi = 0^\circ$; versale Anteile des Magnetisie-
- $m_t = \eta = 90^\circ$; $\varphi = 90^\circ$; rungsvektors

Das einfallende Licht habe die Komponenten

- $\sin \psi$ parallel zur Einfallsebene
- $\cos \psi$ senkrecht zur Einfallsebene.

Weiterhin wird noch benötigt:

- $N_{\parallel}, N_{\perp}$: parallel u. senkrecht zur Einfallsebene schwingende Komponenten der reflektierten Amplitude
 K_p, K_l, K_t : durch den polaren, longitudinalen und transversalen Kerr - Effekt erzeugte Kerramplitude
 $K_{\parallel}, K_{\perp}$: parallel bzw. senkrecht zur Einfallsebene schwingende Komponenten der Kerramplitude

Damit gilt:

(a) vom Polarisator durchgelassene Komponenten der Normalamplitude

$$\begin{aligned}
 N_{\parallel} & \sin \psi \\
 N_{\perp} & \cos \psi
 \end{aligned}$$

(b) von den Normalkomponenten erzeugte Kerramplituden

$$\begin{aligned}
 (I) \quad K_{\parallel} &= -2 m_t K_t \sin \psi + (-m_p K_p + m_l K_l) \cos \psi \\
 K_{\perp} &= (+m_p K_p + m_l K_l) \sin \psi
 \end{aligned}$$

Für die Kerramplituden K_p, K_l und K_t gilt dabei:

$$\begin{aligned}
 K_p &= \frac{i Q}{4 \alpha_o} T_{\parallel} T'_{\perp} \\
 K_l &= \frac{i Q \sin^2 \psi_L}{4 \alpha_o^2 \tilde{n}_o} T_{\parallel} T'_{\perp} \\
 K_t &= \frac{i Q \sin^2 \psi_L}{4 \alpha_o \tilde{n}_o} T_{\parallel} T'_{\parallel}
 \end{aligned}$$

$\tilde{n}_o$: komplexer Brechungsindex der metallischen Probe
 Q : komplexe Materialkonstante

$\mathcal{V}_L, \mathcal{V}_O$: Einfallswinkel in Luft bzw. Metall, $\alpha_O = \cos \mathcal{V}_O$
 T, T' : Amplituden - Durchlasskoeffizienten der Grenze
 Aussenraum - Metall bzw. Metall - Aussenraum

(c) Vom Analysator durchgelassene Anteile der Amplituden

$$(II) \quad A = -N_{||} \cos \alpha \sin \psi + N_{\perp} \sin \alpha \cos \psi \\ - K_{\perp} \sin \alpha \sin \psi + K_{||} \cos \alpha \cos \psi$$

(d) Aus (I) und (II) ergibt sich insgesamt für die vom
 Analysator durchgelassene Amplitude:

$$(III) \quad A = - N_{||} \cos \alpha \sin \psi + N_{\perp} \sin \alpha \cos \psi \\ + K_p \cos(\alpha - \psi) \cos \eta \\ + K_l \cos(\alpha + \psi) \cos \psi \sin \eta \\ - 2K_t \cos \alpha \sin \psi \sin \psi \sin \eta$$

Aus dieser Gleichung ergeben sich die Bedingungen für die Stellungen von Polarisator und Analysator, bei denen jeweils nur ein Kerr - Effekt auftritt:

(i) Polare Sensibilität (bei $\eta = 0^\circ$)

$$\psi \approx 0^\circ, \alpha \approx 0^\circ \text{ oder}$$

$$\psi \approx 90^\circ, \alpha \approx 90^\circ$$

(ii) Longitudinale Sensibilität (bei $\eta = 90^\circ$ und $\varphi = 0^\circ$)

$$\psi \approx 0^\circ, \alpha \approx 0^\circ \text{ oder}$$

$$\psi \approx 90^\circ, \alpha \approx 90^\circ$$

(iii) Transversale Sensibilität (bei $\eta = 90^\circ$ und $\varphi = 90^\circ$)

$$\text{ergibt die Bedingung: } \alpha + \psi = 90^\circ$$

Da mit fast gekreuzten Polarisatoren gearbeitet wird, das heisst von vornherein immer etwa $\alpha \approx \psi$ gilt, führt dies auf die Winkel

$$\alpha \approx 45^\circ, \psi \approx 45^\circ$$

Alle folgenden Beobachtungen wurden mit dem longitudinalen Kerr - Effekt durchgeführt, also mit den Bedingungen unter (ii) und Berücksichtigung der Definition von α und ψ (Abb. 34). Für die Amplitude bei longitudinaler Sensibilität gilt bei $\eta = 90^\circ$:

$$(IV) \quad A = - N_{\parallel} \cos \alpha \sin \psi + N_{\perp} \sin \alpha \cos \psi \\ + K_{\perp} \cos(\alpha + \psi) \cos \psi$$

Da alle Amplituden bei korrekter Betrachtung als komplex betrachtet werden müssen, kommt man von der Amplitude (Gl. IV) zur Intensität durch $I = A^* A$ (A^* ist konjugiert komplex zu A). Für I ergibt sich dann allgemein ein Ausdruck wie

$$I = I_0 + B \cos \psi + C$$

I_0 stellt eine Kombination der Quadrate der Normalamplituden dar (N^2), B ist eine Kombination von NK - Termen und C ein Ausdruck der Ordnung K^2 . Aufgrund der Kleinheit von K im Vergleich zu N ($K / N \approx 10^{-3}$) kann K^2 gegen NK vernachlässigt werden. Damit endet man bei einem einfachen Ausdruck,

$$(V) \quad I = I_0 + B \cos \psi$$

welcher später für die Erläuterung der Technik der digitalen Bildverarbeitung (siehe 5.2.2) bedeutsam ist.

Der erreichbare Kontrast im Kerrmikroskop (siehe 5.2.1.1) ist entscheidend von der Minimierung von I_0 abhängig. Es gibt mehrere Möglichkeiten, wie diese Untergrundintensität entstehen kann, darunter als wichtigste:

(i) Beleuchtungsapertur

(endliche Öffnung des Beleuchtungsbündels)

Diese nimmt entscheidenden Einfluss auf den Kontrast.

(ii) Oberfläche

(Störungen bedingt durch das Relief der Probenoberfläche, insbesondere langwellige Störungen)

Die Auflösung wird nach

$$D_{\min} = f \cdot \lambda / n_A ,$$

$D_{\min}$: kleinster auflösbarer Abstand zweier Punkte
 λ : Wellenlänge
 n_A : numerische Apertur des Objektivs
 f : Zahlenfaktor Zwischen 0,5 und 1

von der Form der Beleuchtungsapertur nicht beeinflusst. Dies bedeutet, dass Kontrast und Auflösung unabhängig voneinander optimiert werden können.

5.2 Die Kerrapparatur

Sämtliche Untersuchungen, die in Abschnitt 6 beschrieben werden, konnten an der Kerrapparatur des Instituts für WW VI der Universität Erlangen durchgeführt werden. Diese Apparatur soll ausführlicher dargestellt werden, um einen Einblick in die Methodik des magnetooptischen Kerr - Effekts zu geben.

5.2.1 Die Gerätekomponenten

Abb. 35 gibt einen Überblick über das Gesamtsystem der Kerrapparatur. Die wichtigsten Komponenten im Einzelnen zeigt Abb. 36, in der Bildmitte das Kerrmikroskop mit der elektronischen Kamera.

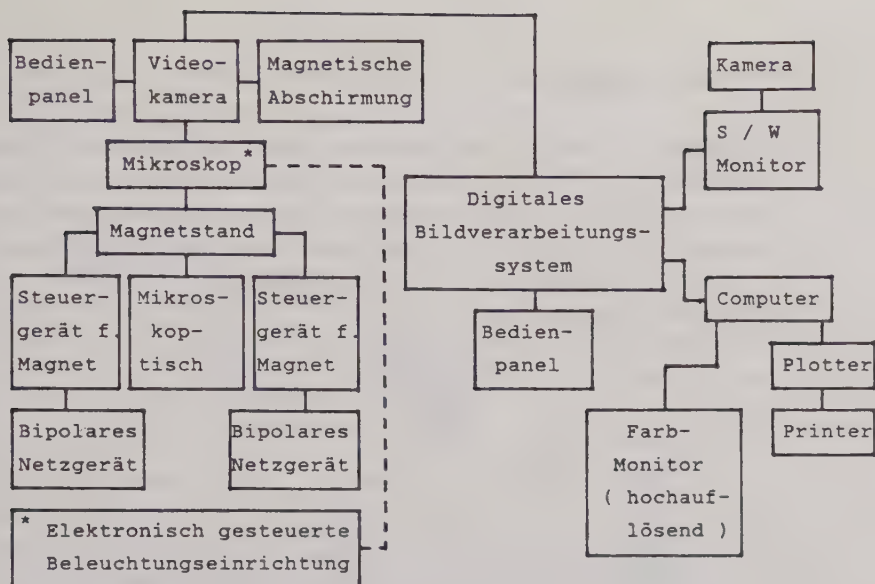


Abb. 35: Die Kerrapparatur des Instituts für WW VI.

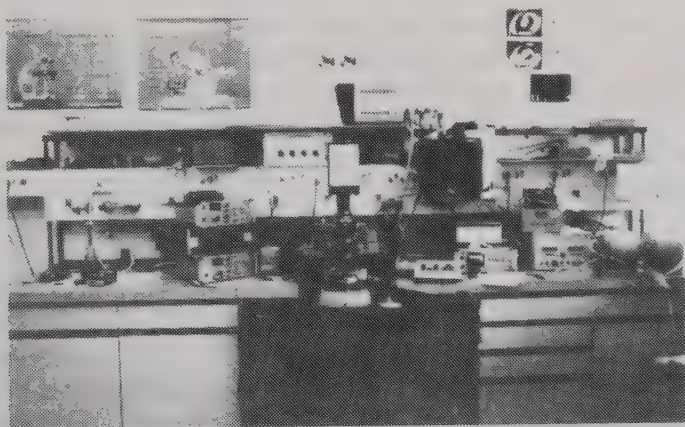


Abb. 36: Einige Einzelkomponenten der Kerrapparatur, Mikroskop und Videokamera in der Bildmitte.

In den folgenden Abschnitten werden die Einzelkomponenten näher vorgestellt.

5.2.1.1 Mikroskop und Beleuchtung

Zentrales Gerät ist das Kerrmikroskop, ein Universal R Pol - Mikroskop der Fa. Zeiss. Dieses Auflichtpolarisationsmikroskop weist den für den Kerreffekt notwendigen Köhler'schen Beleuchtungsgang auf (Abb. 37). Das wesentliche am Köhler'schen Strahlengang ist die in die hintere Brennebene des Objektivs abgebildete Aperturblende.

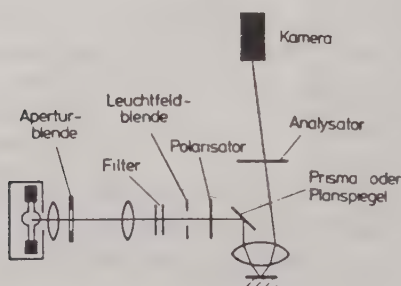


Abb. 37:
Strahlengang im
Kerrmikroskop
(aus Schmidt,
1986).

Als Lichtquelle dient eine Quecksilber - Höchstdruckdampfampe HBO 100 W/2 mit elektronischer Steuerung zur Maximierung der Stabilität. Die hohe Leuchtdichte ist zum Erreichen guter Kontraste notwendig. Die 546 nm und die 578 nm Linien des HBO Spektrums werden mittels eines gelben Kantenfilters (Schott GG 495) herausgefiltert.

Der erreichbare Kontrast im Kerrmikroskop hängt entscheidend davon ab, wie stark die Untergrundintensität vermindert werden kann (siehe 5.1.2). Ein Teil der Untergrundintensität wird durch das endliche Beleuchtungsbündel erzeugt. Da für alle außerhalb der Mittelebene liegenden Lichtstrahlen (Abb. 38) die Auslöschungsbedingung der gekreuzten Polarisatoren nicht mehr optimal erfüllt ist, erhält man bei konoskopischer Betrachtung der gesamten Apertur ein Interferenzbild mit malteserkreuzförmiger Auslöschungszone. Optimale Kontrastverhältnisse erhält man, wenn man den Beleuchtungsstrahlengang auf diese Auslöschungsgebiete beschränkt, sodass alle Punkte des Gesichtsfeldes mit

Strahlen beleuchtet werden, die näherungsweise in der gleichen Einfallsebene liegen.

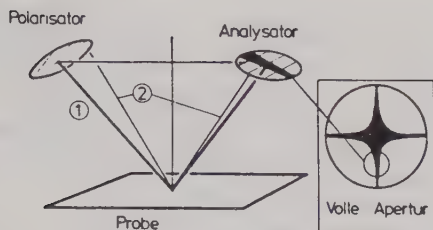


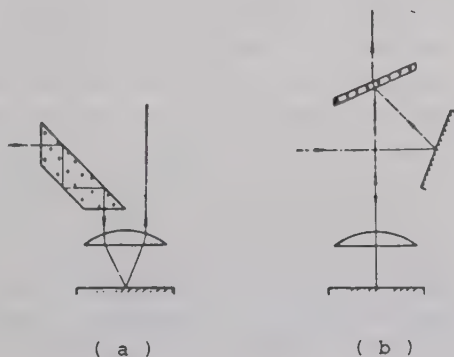
Abb. 38:
Interferenzbedingung
bei gekreuzten
Polarisatoren.
(aus Schmidt,
1986).

Zu diesem Zweck wurde die vorhandene, fest installierte und damit nicht justierbare kreisförmige Aperturblende durch eine zusätzliche Spaltblende ergänzt, welche das Beleuchtungsbündel auf den völlig ausgelöschten Bereich (siehe Abb. 38) begrenzt.

Um den notwendigen schrägen Lichteinfall auf die Oberfläche zu erreichen, wird mit einem Prismenreflektor (Abb. 39) gearbeitet.

Abb.39:

- (a) Prismenreflektor
für long. und trans.
Kerreffekt
- (b) Planspiegel für
polaren Kerreffekt
(aus Schmidt,
1986).



5.2.1.2 Elektronische Kamera und digitales Bildverarbeitungssystem

Abb. 40 zeigt einen schematischen Überblick des gesamten elektronischen Systems.

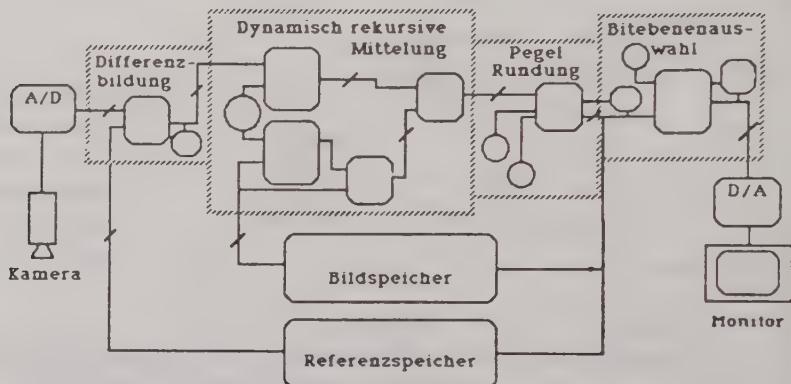


Abb. 40: Gesamtsystem der elektronischen Bildverarbeitung. Pegelrundung und Bitebenenauswahl werden nicht im Einzelnen besprochen (aus Schmidt, 1986).

Als TV - Kamera kommt eine Restlichtkamera mit Nahfokusbildverstärker der Fa. Proxitronic zur Verwendung. Mit dieser Kamera ist die genaue Kontrolle des Bildsignals möglich. Die stufenlose Verstärkungseinstellung macht die individuelle Anpassung des Fernsehsystems an die beim Kerr - Effekt zur Verfügung stehenden geringen Beleuchtungsintensitäten , zum Teil herunter bis zu wenigen mLux, möglich. Die verwendete Fernsehröhre vom Typ Newicon zeichnet sich durch eine breite Empfindlichkeitskurve aus, die vom blauen Licht bis ins nahe Infrarot reicht.

Abb. 40 zeigt die wichtigsten Funktionen des digitalen Bildverarbeitungssystems (Fa. Doslik). Das von der Kamera erzeugte analoge Bildsignal wird zuerst im A / D Wandler digitalisiert und dann im Originalbildspeicher abgelegt. Anschliessend wird das Referenzbild (zum Beispiel im gesättigten Zustand der Probe) in gleicher Weise behandelt und im Referenzbildspeicher abgelegt.

Schliesslich werden beide voneinander abgezogen, sodass das Bild der magnetischen Bereichsstrukturen nach D / A - Wandlung analog auf einem S / W Bildschirm dargestellt werden kann (siehe auch Abb.35). Genauer wird das Prinzip der Differenzbildung und Rauschmittelung in Abschnitt 5.2.2 erläutert. Nur durch digitale Verarbeitung des Bildes gelingt es, an sehr schwach magnetischen Substanzen magnetische Bereichsstrukturen mit dem Kerr - Effekt überhaupt sichtbar zu machen. Das Bildverarbeitungssystem kann sowohl manuell als auch automatisch mittels eines angeschlossenen Rechners gesteuert werden.

5.2.1.3 Magnetisierungsstände

Die Beobachtung mit dem magnetooptischen Kerr - Effekt erfordert den Einsatz von Magnetisierungsständen zur Erzeugung von Magnetfeldern direkt an der Probe am Mikroskop. Diese Magnetfelder werden unter anderem zur Sättigung der Probe bei der Erstellung der Referenzbilder benötigt. Auch lassen sich auf diese Weise Hysteresekurven durchfahren. Es stehen Magnete für horizontale Felder in x und y - Richtung, sowie ein weiterer Magnet für vertikale Felder in z - Richtung zur Verfügung.

Die Magnetisierungsstände werden von bipolaren Netzgeräten der Fa. Kepco gespeist, welche über eigens für diesen Zweck konzipierte Steuergeräte bedient werden. Damit können Gleichströme stufenlos und mit hoher Genauigkeit, sowie Wechselströme variabler Frequenz und Amplitude (dazu Motorpotentiometer zur Abmagnetisierung), eingestellt werden.

Abb. 41 zeigt das Kerrmikroskop mit einem Magneten für horizontale Felder. Mit diesem Magneten können Felder bis zu 0.15 T erzielt werden. Abb. 42 zeigt den Aufbau eines derartigen Magneten von oben . Die Probe wird auf einem in x und y - Richtung verschiebbaren Tisch befestigt. Dieser Tisch ist auf einem weiteren, drehbaren Tisch am Vertikaltrieb des Mikroskops angebracht. Damit ist die Probe in allen Richtungen frei bewegbar. Verschiedene Schaltungsmöglichkeiten der Spulen erlauben es, das Magnet-

feld in 45°- Schritten im Kreis zu drehen.

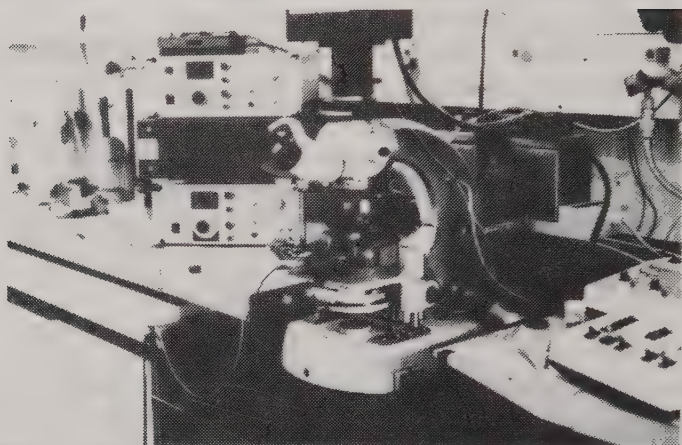


Abb. 41: Kerrmikroskop und Magnetstand für Horizontalfelder.

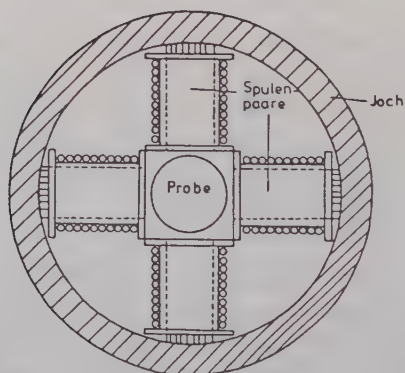


Abb. 42: Aufbau eines Probenhalters mit Magneten für Horizontalfelder (aus Rave, 1985).

5.2.1.4 Stabilitätsanforderungen

Die Leistungsfähigkeit des Gesamtsystems hängt entscheidend davon ab, wie gut es mechanisch, thermisch, elektrisch und magnetisch stabilisiert werden kann. Selbst geringste Verschiebungen zwischen Originalbild und Referenzbild verhindern die Unterdrückung des Untergrundes im Differenzbild.

Zur Vermeidung von niederfrequenten Schwingungen steht das Mikroskop auf einer schweren Granitplatte, welche auf geeignet dimensionierten Schwingungsdämpfern gelagert ist. Die Kamera ist mit einer Schiene mit dem Mikroskop fest verbunden und gestützt. Sämtliche magnetischen Bestandteile des Mikroskops wurden wegen der zum Teil starken Felder des Magnetstandes entfernt und durch unmagnetische ersetzt. Die Probenhalter sind aus verwindungsfreiem VA - Stahl. Die Proben müssen mit UHU - Hart Kleber auf dem Probenhalter festgeklebt werden.

Die Kamera ist zum Schutz der Fernsehröhre vor den Magnetfeldern mit einer Permalloyabschirmung von 1mm Dicke umgeben. Zur thermischen Stabilisation wird sowohl die Kamera innerhalb der Abschirmung als auch das Mikroskopgehäuse mit Pressluft bei leichtem Überdruck gekühlt. Die Magnetisierungsstände sind wassergekühlt, um eine Erwärmung der Probe zu verhindern. Wärmeleitung von der HBO - Lampe auf das Mikroskopgehäuse wird durch Wasserkühlung des Anschlussstubs vermieden. Die Infrarotstrahlung der Lichtquelle wird durch drei zusätzliche Filter abgefangen.

Als wichtigste Massnahme bei der elektrischen Stabilisierung ist der Einsatz eines elektronisch stabilisierten Netzgerätes zur Steuerung der HBO - Lampe zu nennen. Teilweise kam noch eine zusätzliche elektronische Nachregelung der Lichtquelle zum Einsatz.

5.2.2 Verstärkung des Kerrkontrastes durch digitale Bildverarbeitung

Die Aufgabe der digitalen Bildverarbeitung ist die Sichtbarmachung bzw. Verstärkung sehr schwacher magnetischer Kerrkontraste. Im Originalbild werden diese schwachen Kontraste häufig von der stärkeren Intensität des Untergrundes (hervorgerufen u. a. von der Unebenheit der Probenoberfläche) überlagert. Diese Untergrundintensität (I_0 in Formel V, Abschn. 5.1.2) wird nun eliminiert, indem ein Referenzzustand der Probe an derselben Stelle (Referenzbild) vom Kerrbild subtrahiert wird. Als Ergebnis erhält man ein Bild der magnetischen Strukturen.

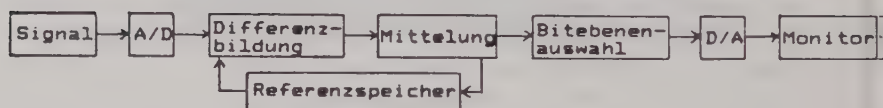


Abb. 43: Das prinzipielle Schema der Bildverarbeitung
(aus Schmidt, 1986).

Obige Abbildung zeigt das Schema der digitalen Bildverarbeitung. Vom im Kerrmikroskop gewonnenen Originalbild wird mit Hilfe einer Videokamera ein analoges Signal erstellt, welches im Bildverarbeitungssystem in ein digitales Signal umgewandelt wird. Nach anschliessender Mittlung zum Zweck der elektronischen Rauschmin- derung wird es in einem Speicher abgelegt, wo es später zur Dif- ferenzbildung zur Verfügung steht. Gleiches geschieht mit dem Referenzbild. Im Anschluss an die Differenzbildung werden die ankommenden Differenzbilder nochmals gemittelt und dann nach D/A- Wandlung am Monitor dargestellt. Die Mittlung erfolgt mit einem speziellen dynamisch - rekursiven Mittelungsverfahren, welches aus der Nachrichtentechnik entnommen wurde (Erasmus, 1982). Abb. 44 zeigt die einzelnen Schritte bei der Differenzbildung und Mittlung.

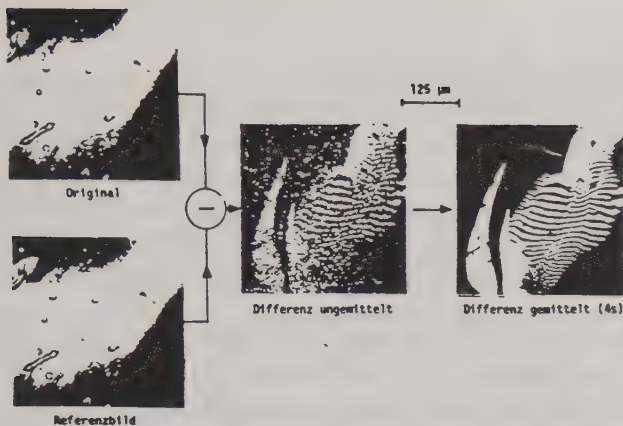


Abb. 44: Das Sichtbarwerden der magnetischen Kontraste durch Differenzbildung und Mittelung der Kerrbilder (aus Schmidt, 1986).

Alle beschriebenen Operationen werden in Echtzeit durchgeführt, also bei der Fernsehfrequenz von 50 Hz. Die Funktionen des Bildverarbeitungssystems können über ein externes Bedienpult gesteuert werden.

Je nach Art der Anwendung bieten sich mehrere Möglichkeiten der Referenzbild - Bildung an:

(1) Sättigungsreferenzbild

Hierbei wird der magnetisch gesättigte Zustand der Probe abgespeichert. Die ursprüngliche Bereichsstruktur wird bei diesem Verfahren aber zerstört.

(2) Analysator / Polarisator - Referenzbild

Nach Aufnahme des Originalbildes wird der Kontrast im Kerrmikroskop durch Verdrehen des Analysators bzw. des Polarisators durch die Auslöschungsstellung hindurch verändert. Bei dieser Methode bleibt die zu beobachtende Bereichsstruktur erhalten.

(3) Wechselfeldreferenzbild

Das Referenzbild wird bei einem an der Probe anliegenden Wechselfeld aufgenommen. Während des Mittelns wird dabei über sämtliche Helligkeiten integriert. Anwendung: schwer oder nicht zu sättigende Materialien, Ausgleich von bei massiven Proben mitunter auftretenden Verschiebungen aufgrund der Einwirkung magnetischer Kräfte auf die Probe.

Im Rahmen dieser Arbeit kamen Sättigungs - und Wechselfeldreferenzbild gleichermaßen zur Anwendung. Die parallele Durchführung von Differenzbildung und Rauschmittelung ist die entscheidende Voraussetzung für die Sichtbarmachung äusserst schwacher magnetischer Kontraste, wie sie an den Ti - reichen Titanomagnetiten auftreten (Abschn. 6).

5.2.3 Grenzen und Möglichkeiten des Systems

Das Auflösungsvermögen des gesamten Systems ist zwangsläufig vom Auflösungsvermögen des Kermikroskops bestimmt. Die Auflösung eines Lichtmikroskops hängt insbesondere von der numerischen Apertur (n_A) des Objektivs, sowie von der Wellenlänge (λ) des verwendeten Lichtes ab. Für den kleinsten auflösbaren Abstand zweier Punkte auf einem Objekt gilt:

$$D_{\min} = (f \cdot \lambda) / n_A .$$

Der Faktor f hat in diesem Fall (Beugung am Kreisquerschnitt) den Wert 0,61 . Da in vielen Fällen ein Ölimmersionsobjektiv (100x) mit der Apertur 1.25 verwendet werden muss - man arbeitet häufig an der optischen Grenze des Lichtmikroskops - so kann die Auflösung nur noch durch die Verwendung von kürzerwelligem Licht erhöht werden. Insbesondere bei Ferriten erwies es sich als sehr sinnvoll, mit blauem Licht zu arbeiten (Verwendung von Blaufiltern). In diesem Zusammenhang spielt auch die ausgeprägte Dispersion von Kerrdrehung und Kerrelliptizität bei Ferriten eine wichtige Rolle. Auf diese Problematik wird näher in Abschn. 6 eingegangen.

Die wichtigste Störung bei der Beobachtung des Kerr - Effekts stellen rauhe Probenoberflächen dar. Bei Untersuchungen mit höchster Auflösung behindern vor allem Störungen der Oberfläche, die in derselben Grössenordnung wie die Domänenweite liegen, den Kerr - Effekt. Sehr "kurzwellige" Störungen, also deutlich kleiner als die Domänenweite, wirken sich nicht negativ aus, die "langwelligen" Störungen werden durch das Differenzbildverfahren eliminiert. Diese Schwierigkeiten werden auch in Abschnitt 6.1 für den speziellen Fall der Titanomagnetite behandelt.

Der Faraday - Effekt im Immersionsöl stellt eine weitere Störung des Systems dar. Er tritt ausschliesslich bei sehr starken, vorallem vertikalen Magnetfeldern in Erscheinung, und muss durch Nachregeln des Analysators kompensiert werden (die Polarisationssebene des Lichts wird um einen dem angelegten Feld proportionalen Winkel gedreht). Der Faraday - Effekt erwies sich jedoch bei den folgenden Untersuchungen an Titanomagnetiten nicht als störend.

6. Anwendung des magnetooptischen Kerr - Effekts auf synthetischem und natürlichem Titanomagnetit

In den letzten beiden Abschnitten wurden die Grundvoraussetzungen zur erfolgreichen Durchführung des Kerr - Effekts, die OP-S/Syton Feinstpolitur und das digitale Bildverarbeitungssystem, vorgestellt. Die kristallographischen und magnetischen Eigenschaften der Titanomagnetite weisen im Vergleich zu den sonst in der Elektrotechnik bzw. den Werkstoffwissenschaften untersuchten Materialien grundlegende Unterschiede auf. Dies brachte zusätzliche Schwierigkeiten bei der Verwirklichung des Kerr - Effekts mit sich. Dennoch gelang die Anwendung des Kerr - Effekts zur Sichtbarmachung der magnetischen Bereichsstrukturen an Titanomagnetiten; hierauf wird im zweiten Teil dieses Abschnitts näher eingegangen.

6.1 Materialspezifische Problematik

6.1.1 Dispersion von Kerrdrehung und Kerrelliptizität

Die ausgeprägte Abhängigkeit der Kerrdrehung und Kerrelliptizität von der Frequenz des verwendeten Lichtes ist hier als wichtigste Problematik zu nennen. Sie tritt bei den technisch interessanten Materialien, wie Reinmetallen, Legierungen oder metallischen Gläsern, nicht oder nur in untergeordnetem Mass in Erscheinung, so dass sie vernachlässigt werden kann.

Häufig wurden an völlig gleichartig behandelten synthetischen Titanomagnetit-Proben ganz unterschiedliche Kerrintensitäten beobachtet. Zum Teil konnte überhaupt kein Kerr - Kontrast erzielt werden, obwohl Voruntersuchungen mit der Bittertechnik die Existenz Weiss'scher Bezirke gezeigt hatten. Da auch das Aufdampfen einer dielektrischen Schicht keine Verbesserung erbrachte, blieb als Erklärung nur ein sehr hoher Grad an elliptischer Polarisation. Dieser Anteil des reflektierten Lichtes geht ohne besondere Massnahmen bei der Beobachtung des Kerr - Effektes

verloren.

Aus der Literatur ist mir nur eine Messung der Dispersion von Kerrdrehung, Θ_k , und Kerrelliptizität, ϵ_k , an einem Ferrit bekannt. Anhand eines Mn - Zn - Ferrit Einkristalls soll dieses Charakteristikum und dessen Auswirkungen auf die Kerrintensität näher erläutert werden. Abb. 45 zeigt ϵ_k und Θ_k nach Messungen von Martens et al. (1983) an einer (110) Fläche einer mit Syton polierten Probe.

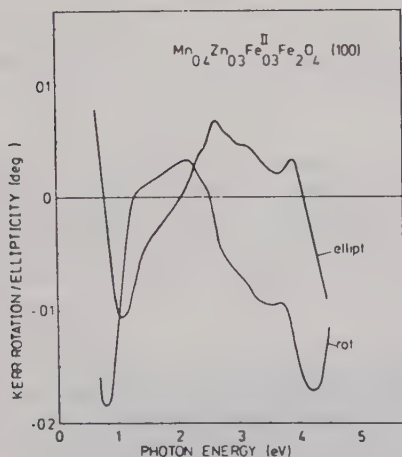


Abb. 45:

ϵ_k und Θ_k als Funktion der Frequenz am Mn-Zn Ferrit, Syton Politur.

(aus Martens et al. 1983)

Die Kurven für ϵ_k und Θ_k weisen mehrere Nulldurchgänge sowie Maxima und Minima auf. Es existieren Frequenzen, bei denen einerseits ϵ_k maximal ist, andererseits Θ_k verschwindet, und umgekehrt. Daraus folgt insbesondere, dass die Kerramplitude zugleich aus zwei Anteilen, nämlich Kerrdrehung Θ_k und Kerrelliptizität ϵ_k bestimmt ist, und bei Ferriten letztere nicht vernachlässigt werden darf. Die wichtigere Konsequenz ist, dass bei gewissen Frequenzen die Kerramplitude entweder allein aus Kerrdrehung oder allein aus Kerrelliptizität resultiert. Damit liegt für die Ferrite eigentlich eine andere Art Kerr - Effekt vor (im Vergleich zu Reinmetallen oder Legierungen). Diese Tatsache lässt sich mit dem komplizierten kristallographischen und magnetischen Gitterbau

der Ferrite (zwei Untergitter) erklären. Zum tieferen Studium dieses Phänomens sei auf die angegebene Fachliteratur verwiesen (Metselaar, 1976; Wettling, 1976; Suits, 1972).

Es ist anzunehmen, dass die Arbeitsfrequenz von 440 nm (blaues Licht) bei den Titanomagnetiten eine Frequenz darstellt, bei welcher die Kerrdrehung gegenüber der Kerrelliptizität zurücktritt.

Um den elliptisch schwingenden Anteil für die Kerramplitude nutzbar zu machen zu können, muss man ihn in linear polarisiertes Licht umwandeln. Dies geschieht durch das Einbringen eines Kompensators in den Strahlengang des Mikroskops.

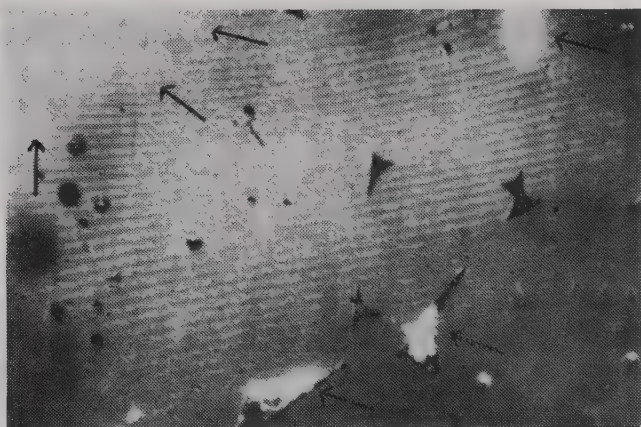
Da diese Problematik erst vor kurzem erfasst wurde, konnten in dieser Richtung nur wenige Versuche unternommen werden. Erste Tests zeigten jedoch ein sehr positives Ergebnis, das heisst eine deutliche Kontrasterhöhung.

6.1.2 Probenqualität

Die meisten in der Literatur bekannten Untersuchungen mit magnetooptischen Methoden wurden und werden an synthetischen, hochreinen Materialien durchgeführt (Palik und Henvis, 1967). Häufig liegen die Proben sogar als Einkristalle vor. Dies bringt bei der Probenpräparation keine besonderen Probleme mit sich. Üblicherweise werden die Proben nach mechanischer und elektrolytischer Vorpolitur im Ultrahochvakuum bei hohen Temperaturen (knapp unter Schmelztemperatur) gegläht, was auf einfache Weise zu einer Oberfläche höchster Qualität führt. Das eigentliche Ziel dieser Arbeit ist im Gegensatz dazu, die magnetische Bereichsstruktur an natürlichen Titanomagnetiten, die in silikatischer Matrix vorliegen, sichtbarzumachen. Die zu untersuchenden magnetischen Minerale liegen hier als sehr kleine, zudem teilweise intern gestörte Körner vor (submikroskopisch bis etwa 100 μm , gestört zum Beispiel durch Risse o. Ä.).

Auch wenn man auf synthetische Proben ausweicht, so ist deren Qualität im Vergleich zu natürlichem Material nicht entscheidend besser. Es stehen im Moment leider noch keine synthetischen Einkristalle von Titanomagnetiten zur Verfügung, so dass man auf polykristalline, gesinterte Proben angewiesen ist. Smith (1986, 1987) gelang es zwar vor kurzem, kleine TM - Einkristalle (50 - 100 μm) aus einer NaBO_3 - Schmelze zu züchten, doch ist dieses Verfahren noch im Entwicklungsstadium.

Bedingt durch den Sintervorgang entstehen innerhalb der Kristallite Porenräume (Porösität etwa 10%), dazu ist die Oberfläche durch die Kristallitgrenzen gestört. Die OP-S / Syton Feinstpolitur erreicht zwischen den oben genannten Störungen eine sehr hohe Oberflächenqualität, die Störungen selbst bleiben aber weitgehend erhalten. Man findet nur selten grössere, völlig ungestörte Oberflächenbereiche. Speziell die Poren stören die elektronische Kamera erheblich. Dies führt häufig zur Übersteuerung oder Abschalten der Kamera. Die folgende Abbildung zeigt diesen Überstrahlungseffekt.



— 20 μm

Abb. 46: Die Überstrahlung an einem Referenzbild (ohne Domänen) (Markierung durch Pfeile). AMTM 52.

Es bleibt nur die Alternative, auf stärkere Objektive, zumeist der maximal möglichen Vergrößerung von 100 - 125x, zurückzugreifen, um kleinere Ausschnitte der Oberfläche zu betrachten. Eine andere, in dieser Studie oft angewandte Methode ist die Begrenzung des Bildausschnitts mit einer Blende. Infolgedessen kann die magnetische Mikrostruktur dann nur innerhalb kleinerer Bereiche der Oberfläche beobachtet werden. Ganz gravierend wirkt sich der Übersteuerungseffekt der Kamera an natürlichen Proben aus. Dies führt dazu, dass die silikatische Matrix möglichst vollständig ausgeblendet werden muss, um in Arbeitsbereich der Kameraröhre zu gelangen (die Empfindlichkeit der Röhre ist ja auf geringste Lichtintensitäten ausgelegt). Der Einsatz von Objektiven höherer Vergrößerung, zumeist mit Öl als Medium zwischen Objektiv und Probe, hat aber gleichfalls nachteilige Auswirkungen auf die Bildqualität. Dies wird eingehend in Abschnitt 6.1.4 erläutert.

Wie weiter oben angeführt, stand auch ein natürlicher Magnetit Einkristall zur Verfügung. Hier weist die Oberfläche keinerlei Störungen (Risse oder Poren, Kristallitgrenzen) auf, sodass ein einwandfreies Arbeiten der elektronischen Kamera gewährleistet war. Es zeigte sich, dass man an diesem Einkristall relativ schnell zu kontrastreichen Bildern der Bereichsstruktur gelangen kann, allein schon aufgrund der fehlerfreien Oberfläche (der Einfluss der Sättigungsmagnetisierung wird in Abschn. 6.1.3 beschrieben).

6.1.3 Sättigungsmagnetisierung

Ausser den Unzulänglichkeiten der Oberfläche weisen die Titanomagnetite auch eine sehr niedrige Sättigungsmagnetisierung auf (Abschn. 2.1). Kerrdrehung und Kerrelliptizität und somit der magnetische Kontrast stehen aber in direktem Zusammenhang mit der Sättigungsmagnetisierung des Materials (Abschn. 5.1). In der nachfolgenden Tabelle sind die Werte der Sättigungsmagnetisierung verschiedener technischer Materialien einschliesslich einiger natürlicher Minerale zusammengestellt.

	I_s [A/m]
Fe	1717
SiFe	um 1590
Fe ₈₀ B ₂₀ (amorph)	1272
Fe ₅ Co ₇₀ Si ₁₅ B ₁₀ (amorph)	533
Mn _{0,5} Zn _{0,5} Fe ₂ O ₄	310
Fe ₃ O ₄	477
TM 60	um 136
TM 70	um 89
Fe ₂ O ₃	um 5
Fe ₇ S ₈	um 92
α -FeOOH	0.05-5*

* abhängig vom Al - Gehalt

Tab. 7: Sättigungsmagnetisierung magnetischer Werkstoffe im Vergleich zu natürlichen magnetischen Mineralen.
(aus Hubert, 1985; Petersen, 1982)

Die Titanomagnetite zeigen bei hohem Ti - Gehalt also eine erheblich geringere Magnetisierung auf als der Magnetit, ein TM 60 beispielsweise nur rund 1/4 des Magnetitwertes.

Zwischen der Kerramplitude (welche wiederum von Kerrdrehung und Kerrelliptizität bestimmt ist) und der Sättigungsmagnetisierung besteht in erster Näherung eine lineare Abhängigkeit (Abschn. 5.1.1). Die Sichtbarkeit der magnetischen Strukturen wird durch den magnetischen Kontrast, dem Intensitätsunterschied zweier entgegengesetzt magnetisierter Bereiche bestimmt. Die Intensität errechnet sich aus dem Quadrat der Kerr - Amplitude. Somit erweist sich insgesamt das Quadrat der Sättigungsmagnetisierung als der entscheidende Faktor.

Beim Vergleich der Werte, welche obige Tabelle für technische Werkstoffe sowie für natürliche Minerale angibt, erkennt man sofort die Schwierigkeiten, die bei der Anwendung des Kerr - Effektes an Titanomagnetiten auftreten werden. Liegt die Kerrdre-

hung schon bei den stark magnetischen Materialien nur bei einigen Bogenminuten, so arbeitet man bei den Titanomagnetiten häufig an der Grenze des technisch Machbaren.

In früheren Jahren, als eine digitale Bildverarbeitung noch nicht zur Verfügung stand, wurde standardmässig eine andere Möglichkeit zur Kontraststeigerung am Kerrmikroskop angewendet, das Aufdampfen dielektrischer Schichten (Kranz und Drechsel, 1958; Kranz und Hubert, 1963). Hierbei wird die Probenoberfläche mit einer $\lambda/4$ - Interferenzschicht bedampft (bei Metallen oder Ferriten verwendet man z. B. ZnS), was eine Verringerung des normal reflektierten Licht und zugleich eine Verstärkung der Kerrkomponente bewirkt. Diese Verfahren wurde an einigen Titanomagnetit - Proben getestet, führte aber zu keiner entscheidenden Verbesserung des Kontrastes. Dies liegt möglicherweise am hohen Grad der Elliptizität des reflektierten Lichtes. Dazu kommt bei Ferriten ein grosses Verhältnis von Absorption zu Reflexion. (siehe Abschn. 6.1.1).

6.1.4 Grösse und Struktur der Domänen

Insbesondere die aufgrund der spannungsdominierten Anisotropie (Abschn. 2.1) sehr komplizierte Geometrie der Bereichsstrukturen von natürlichen Titanomagnetiten zeigt die momentanen Grenzen der Kerrtechnik deutlich auf. Wie in Abschnitt 6.1.2 beschrieben, erfordern bereits die Besonderheiten der Probenoberfläche ein Arbeiten mit hohen Vergrösserungen (600 - 1250 - fach). Die komplizierten Bereichsmuster mit geringen Domänenweiten (siehe Halgedahl, 1987a) erfordern ebenfalls hohe Vergrösserungen. Um derartig feine Strukturen genügend kontrastreich auflösen zu können, greift man in der Auflichtmikroskopie gewöhnlich zu Ölimmersionsoberjektiven. Andererseits ist man bei der sehr empfindlichen Kerr - Technik gerade bestrebt, jegliches störende Medium zwischen Probenoberfläche und Objektiv zu vermeiden. Der Kerrkontrast könnte durch die damit verbundenen depolarisierenden Effekte in negativer Weise beeinflusst werden.

Es ist nahezu ausgeschlossen, dass eine völlig horizontale Position der Probenoberfläche erreicht werden kann. Zum einen ist die Oberfläche nie völlig eben, zum anderen wird man trotz sorgfältigstem Arbeiten bei der Probenherstellung und dem Aufkleben auf den Probenhalter die Probe kaum in eine exakt waagrechte Lage bekommen. Die dadurch bedingten Intensitätsunterschiede stören nicht, sie werden mit dem Differenzbildverfahren entfernt. Aber aufgrund der Unebenheiten und der schrägen Lage der Probe beginnt das Immersionsöl zu fließen. Gefördert wird dieser Effekt durch eine leichte Erwärmung, welche von der Beleuchtung und den Magnetspulen des Probenträgers herrührt und nie ganz vermieden werden kann (Fließen durch Temperaturgradienten). Die Bewegung des Öls zerstört aber die notwendige Stabilität des Systems während der Zeit der Erstellung der verschiedenen Bilder, welche für das Differenzbildverfahren benötigt werden. Abb. 47 zeigt den Einfluss des Immersionsöls, die Bereichsstrukturen sind teilweise nicht mehr erkennbar (linke Bildhälfte).

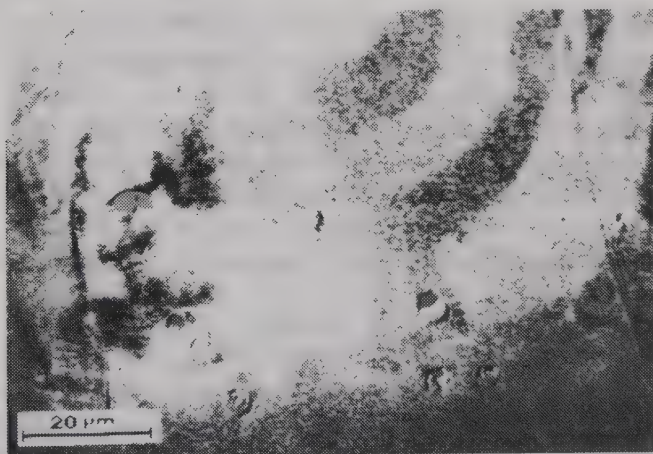


Abb. 47: Die Bewegung des Immersionsöls verhindert die Sichtbarmachung der Domänen (linke Bildhälfte).AMTM 60.

Einen erheblichen Störfaktor stellen auch Blasen oder Fremdkörper im Immersionsöl dar.

Die Schwierigkeiten mit dem Immersionsöl lassen sich nur durch den Einsatz von Objektiven höchster Vergrößerung (100 - 125x), welche ohne Immersionsöl arbeiten, beheben. Eine somit bedingte Verringerung der numerischen Apertur (Luftobjektive 100x haben rund 0,90 im Vergleich zu 1,25 - 1,30 für Ölobjective) muss auf Kosten der Auflösung in Kauf genommen werden. Derartige Objektiv stehen bisher nicht zur Verfügung.

An dieser Stelle ist es angebracht, die erreichbare Auflösung des Systems einmal numerisch darzulegen. Die Auflösung ist durch

$$D_{\min} = f \cdot \lambda / n_A$$

gegeben. Mit $f = 0,61$ (Kreisblende), $\lambda = 440 \text{ nm}$ (blaues Licht) und $n_A = 1,25$ ergibt dies einen Wert für $D_{\min}$ von rund $0,2 \text{ }\mu\text{m}$. Dies stellt zugleich die optische Grenze des Lichtmikroskops dar. Dieser theoretische Wert ist in der Praxis meist nicht erreichbar, bedingt durch die zahlreichen Störungsmöglichkeiten, welche bereits angeführt wurden. Dennoch zeigte es sich, dass alle bekannten magnetischen Strukturen der Titanomagnetite mit dem Kerr - Effekt sichtbar gemacht werden konnten (Abschn. 6.2). Die Beobachtung von Ein - und Mehrbereichsteilchen mit wenigen Domänen war jedoch noch nicht möglich, da hier der Einsatz der erwähnten Luftobjektive hoher Vergrößerung unerlässlich ist.

6.2 Beispiele für die erfolgreiche Durchführung des Kerr - Effekts

In diesem Abschnitt wird die erfolgreiche Anwendung des magneto-optischen Kerr - Effekts an den wichtigsten magnetischen Mineralen, den Titanomagnetiten, sowie am Hämatit demonstriert. Es wird hierbei vor allem auf die Realisation des Kerr - Effekts an sich wertgelegt. Die exakte Interpretation der jeweiligen Bereichsstrukturen spielt nur eine untergeordnete Rolle und wird nur am Rande mitbehandelt.

6.2.1 Herstellung der Proben

Die sorgfältige Herstellung der Proben ist Voraussetzung für eine erfolgreiche Anwendung des Kerr - Effekts. Deswegen soll diese Thematik im Folgenden eingehend behandelt werden. Die äussere Form der Proben ist vom Probenhalter (mit Magnetstand) bestimmt. An der Position der Probe muss ein möglichst homogenes, aber auch starkes horizontales Magnetfeld erreicht werden können. Damit ist der Probendurchmesser auf 5 - 10 mm begrenzt. Aufgrund des eigentlichen Verwendungszwecks für technisch interessante Werkstoffe, so Bleche oder magnetische Schichten, wurde der Magnetstand für dünne Proben konzipiert. Dies (und die Bedingung, auch geeignete vertikale Felder anlegen zu können) begrenzt die Dicke der Probe auf 1 - 2 mm. Bei einer qualitativen Auswertung braucht kein besonderer Wert auf eine exakte Probenform gelegt zu werden. Einzig die gleichmässige Dicke der Probe sollte gewährleistet sein. Alle Proben wurden in der folgenden Weise hergestellt:

- (1) Eingiessen der Probe in Acryfix (Kaltpolymerisat).
- (2) Schleifen und polieren.
- (3) Feinstpolitur mit OP - S / Syton.
- (4) Kontrolle der Bereichsstruktur mit der Bittertechnik.
- (5) Vorsichtiges Abschneiden einer Scheibe geeigneter Dicke mit der Diamantsäge.
- (6) Sorgfältige Reinigung (Ultraschall) der Probe und erneute Feinstpolitur.
- (7) Letzte Kontrolle der Domänen mit der Bittertechnik.

Es ist sehr wichtig, dass das Schneiden sehr langsam und mit wenig Druckeinwirkung geschieht. Bei Ti - reichen Titanomagnetiten kann sonst die Bereichsstruktur der gesamten Probe aufgrund neu induzierter Spannungen entscheidend verändert werden. Es erwies sich als günstig, die Probe bereits beim Schleifen auf die gewünschte Dicke zu bringen. Dann muss beim Zuschneiden nicht mehr durch das Probenmaterial selbst, sondern nur mehr durch das Einbettmittel geschnitten werden. Auf diese Weise werden uner-

wünschte Spannungen von der Probe ferngehalten . Sehr wichtig ist die abschliessende Kontrolle mit der Bittertechnik, um die endgültige Qualität der Proben sicherzustellen. Obiges Verfahren hat sich sowohl an synthetischem als auch an natürlichem Material bewährt.

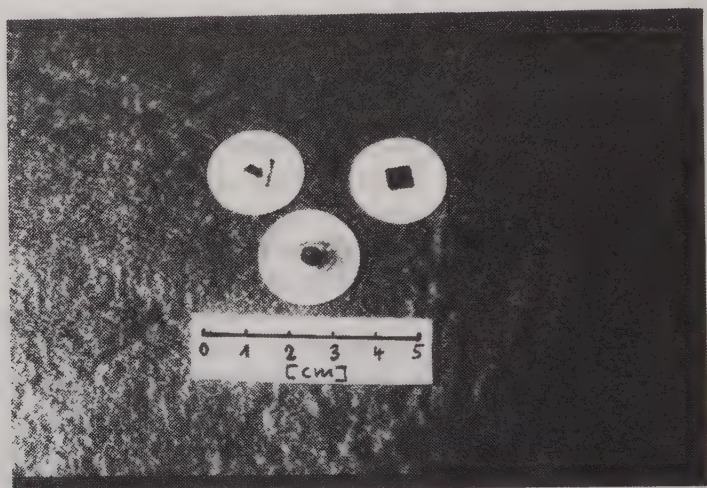
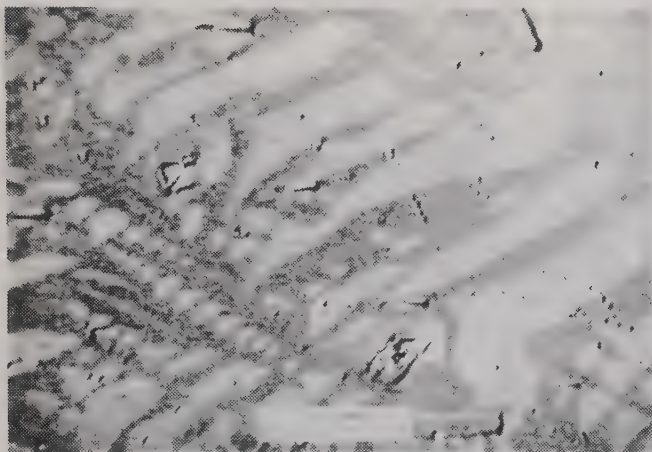


Abb. 48: Geeignete Proben für die Anwendung des Kerr -Effekts.

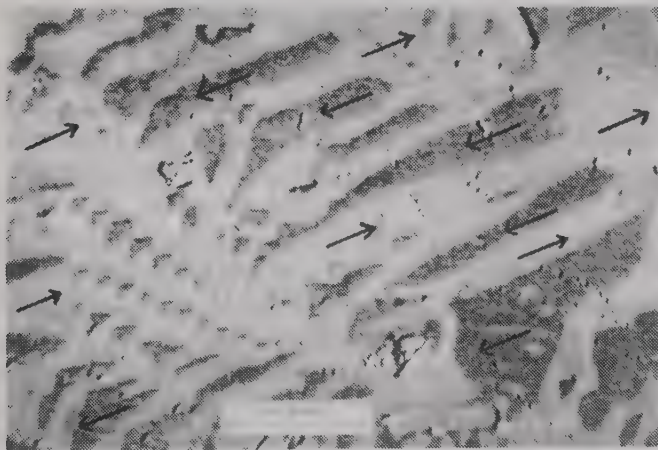
6.2.2 Magnetit und synthetischer Titanomagnetit

Trotz der aufgeführten Probleme und Schwierigkeiten gelang es, zuerst an Magnetit und synthetischem Titanomagnetit, kontrastreiche Bilder der Weiss'schen Bezirke zu erzeugen. Alle folgenden Bilder wurden mit dem longitudinalen Kerr - Effekt, noch ohne Einsatz eines Kompensators, erstellt. Abb. 49a und b zeigen Domänen des natürlichen Magnetit - Einkristalls mit zwei verschiedenen Polarisator - Analysator Stellungen. Die beobachtete Fläche liegt etwas schräg zu einer leichten Richtung der Magnetisierung; dadurch sind Abschlusstrukturen ausgebildet. ("Tannenbaum - Strukturen", siehe Abb. 21).



(a)

Abb. 49a,b:
Domänen des
natürlichen
Magnetitein-
kristalls bei
zwei verschie-
denen Polari-
sator/Analysa-
tor Stellungen
(genau invers).



(b)

Zum besseren
Verständnis
ist an einigen
Stellen die
Richtung der
Magnetisierung
eingezeichnet
(Pfeile),
(Modell).

Der Magnetiteinkristall wurde aufgrund seiner Oberflächengüte als erste Probe gewählt. Dazu kommt, dass er innerhalb der Titanomagnetite die höchste Sättigungsmagnetisierung ausweist. Die beiden Kerrbilder lassen eine erstaunliche Qualität erkennen. Auf der gesamten Fläche sind Bereichsstrukturen in gleichmässig hoher

Güte sichtbar, selbst feine Einzelheiten der komplizierten Domänen sind gut aufgelöst. Der starke magnetische Kontrast liess die berechnete Hoffnung zu, dass der Kerr - Effekt auch an schwächer magnetischen Ti - reichen Titanomagnetiten zum Erfolg führen könnte. Abb. 50 zeigt einen ersten Versuch an einem TM 70.

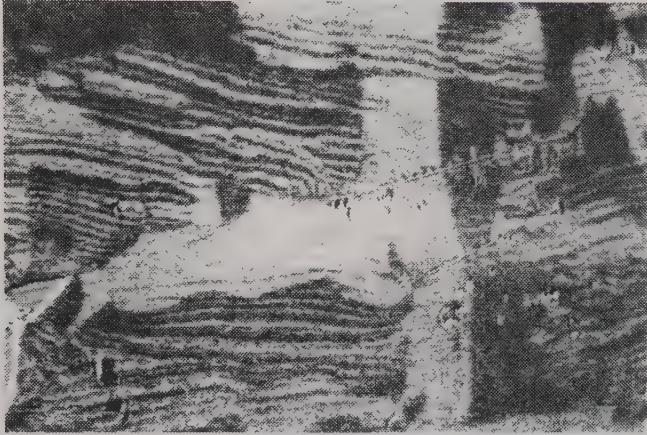


Abb. 50: Erste Kerraufnahme eines synthetischen Titanomagnetits. (TM 70). Die hellen und dunklen Bereiche stellen die Domänen dar.

Die kreisförmige Umrandung ist eine Blende zur Begrenzung des Gesichtsfeldes (Absch. 6.2). Der Kerr-Kontrast ist noch nicht auf der gesamten Fläche gleichmässig ausgebildet, dennoch lassen sich die Weiss'schen Bezirke zum Teil recht gut erkennen. Die leichte Richtung der Magnetisierung dürfte etwas zur Oberfläche geneigt sein. Man erkennt einige der charakteristischen Domänenformen Ti - reicher Titanomagnetite, so gebogene Wände und keilförmige Abschlusstrukturen. Vor allem die Ausleuchtung der sichtbaren Fläche ist noch sehr ungleichmässig, vielleicht auf eine Dejustierung des Kerrmikroskops zurückzuführen.

Daraufhin wurde die Oberflächenpräparation noch vervollkommenet und ein weiterer Versuch an einem AMTM 52 unternommen. Abb. 51

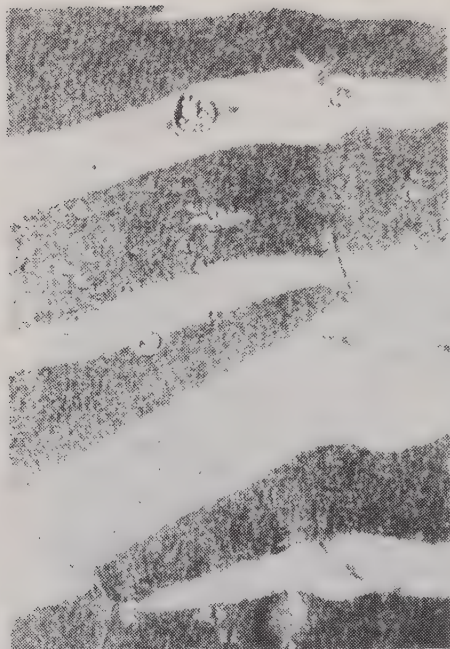
zeigt einen Ausschnitt einer noch ungenügend polierten Oberfläche.



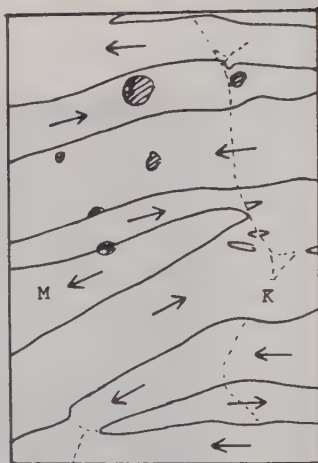
— 20 μ m

Abb. 51: Eine ungenügend polierte Oberfläche (AMTM 52). Man erkennt Spannungstreifen (dünne, waagrechte Linien) und senkrecht dazu auf der rechten Bildhälfte nur teilweise ausgebildete Volumenstrukturen (breite helle und dunkle Bänder).

Nach optimaler Politur bietet sich dem Betrachter ein Bild wie es Abb. 52 zeigt. Das gesamte Bild ist gleichmässig ausgeleuchtet. Die Domänen sind kontrastreich und scharf als helle und dunkle Bänder wiedergegeben. In diesem Fall liegt die leichte Richtung der Magnetisierung parallel zur Oberfläche. Die Domänen sind durch wenig gebogene Wände getrennt, an der Kristallitgrenze in der Bildmitte finden sich Abschlusstrukturen. Kerrbilder derartig hoher Qualität waren an schwachmagnetischen Materialien, wie sie die Titanomagnetite darstellen, eigentlich nicht zu erwarten gewesen.



(a) 20 μm



(b)

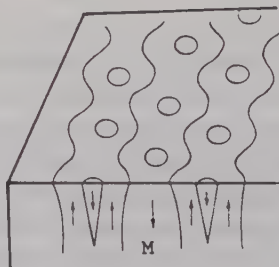
K = Kristallitgrenze

Abb. 52a: Bereichsstrukturen auf AMTM 52 mit 180°-Wandstrukturen.

b: Modell der Domänen mit Magnetisierungsrichtungen.



(a) 20 μm



(b)

Abb. 53a: Sinusförmig gewellte Wände und Abschlusstrukturen

(Spikes) auf AMTM 52.

b: Modell der Domänen (aus Halgedahl, 1987a).

Dies spricht zum einen für die Güte der Oberfläche aufgrund der Feinstpolitur, zum anderen für die ausgezeichnete Technik des digitalen Bildverarbeitungssystems.

Abb. 53 zeigt eine andere Stelle derselben Probenoberfläche, wobei die leichte Richtung der Magnetisierung etwa senkrecht zur Oberfläche steht. Charakteristisch dafür sind sinusförmig gewellte Wände und Spikeförmige Abschlusstrukturen (dunkle und helle Punkte). Die schlierenförmige Struktur am unteren Bildrand ist auf das hier verwendete Immersionsöl zurückzuführen (Pfeil).

Bisher wurde ausschließlich mit synthetischen, kompakten Proben gearbeitet. In der Natur hingegen liegen die Titanomagnetite als isolierte Körner verschiedener Korngrösse in silikatischer Matrix vor. Um der Realität näher zu kommen, wurde in einem nächsten Schritt der Kerr - Effekt an zwar synthetischen, jetzt aber isolierten kleineren Teilchen getestet. Die chemische Zusammensetzung entspricht der natürlich vorkommender Titanomagnetite (AMTM 60).

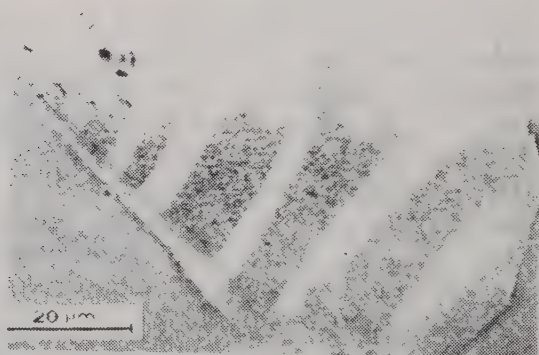
Abb. 54a zeigt das Referenzbild ohne magnetische Domänen und mit sehr ungleicher Helligkeitsverteilung. Das gemittelte Differenzbild zeigt Abb. 54b. Hier werden die Bereichsstrukturen als breite Streifenmuster ^{nahezu} sichtbar. Die leichte Richtung der Magnetisierung liegt fast parallel zur Oberfläche der Probe. Kleine (Ein - oder Zweidomänen -) Teilchen konnten aufgrund des Fehlens eines geeigneten Objektivs (Abschn. 6.1.4) noch nicht beobachtet werden.

Insgesamt verliefen die Untersuchungen an synthetischen Proben sehr positiv, sodass in einem letzten Schritt das eigentliche Ziel, der Kerr - Effekt an natürlichen Titanomagnetiten, angegangen werden konnte.



(a)

(b)



(c)

Abb. 54a, b: Referenzbild und gemitteltetes Differenzbild eines synthetischen, isolierten AMTM 60 Teilchens.
c: Modell der Bereichsstruktur.

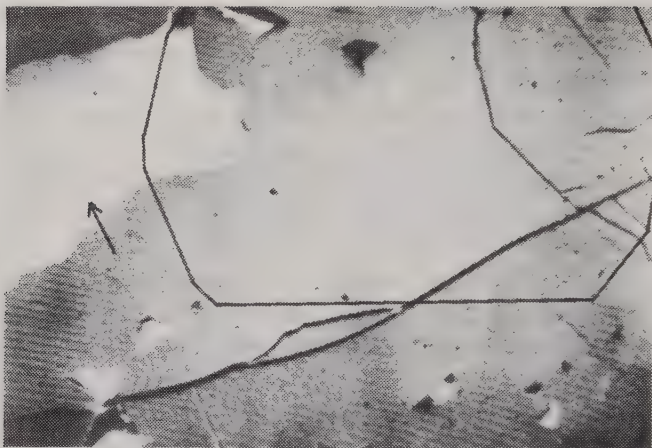
6.2.3 Natürliche Titanomagnetite

Hierfür wurde ein Basaltvorkommen ausgewählt, welches relativ grosse TM - Körner enthält. Der Grund dieser Massnahme (Überstrahlung) wurde in Abschn. 6.1.2 erläutert. Weiterhin war die Wahl mit der Tatsache begründet, dass auf den grossen Teilchen mit der Bittermethode bereits grössere Flächen mit relativ einfacher Bereichsstruktur beobachtet wurden. Gewöhnlich stellen sich die Domänen natürlicher Titanomagnetite aufgrund der Spannungsdominanz der Anisotropie sehr kompliziert, teilweise chaotisch dar. Abb. 55a und b zeigen die ersten Kerrbilder natürlicher Titanomagnetite, a) gibt das Referenzbild, b) in einem Bildausschnitt (durch eine Blende begrenzt) sehr schwache Kerrkontraste wieder. Alle Linien sind Risse in der Oberfläche, der helle Bereich in a) (linke Bildhälfte) ist ein nichtmagnetischer Cr - Spinell (Petersen, mündliche Mitteilung).

Nur in der linken oberen Bildhälfte findet man einfachere Bereichsstrukturen (helle und dunkle Streifen), die leichte Richtung der Magnetisierung liegt nahezu parallel zur Oberfläche. Alle anderen Muster sind sehr kompliziert und können nicht einfach interpretiert werden.

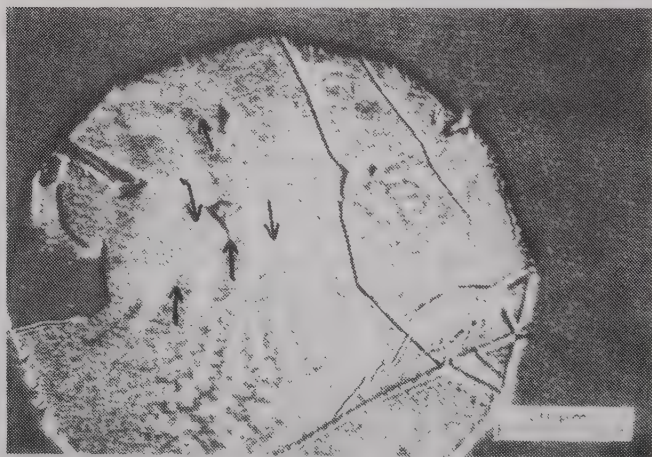
Stärkere Kerrkontraste zeigt Abb. 56. Erreicht wurde dies einerseits durch nochmals verbesserte Oberflächenpräparation (längere Politurdauer). An dieser Stelle stellte sich auch heraus, dass starke Intensitätsschwankungen der HBO - Lampe (bereits nach rund 50 Std. Einsatz) die Sichtbarmachung sehr schwacher Kerrkontraste verhinderte. Die Verwendung einer neuen Lampe konnte hier Abhilfe schaffen.

Schliesslich ist auch der hohe Grad an Elliptizität des reflektierten Lichtes (Abschn. 6.1.1) Ursache für das teilweise Fehlen jeglicher Kerrkontraste. Der Einsatz eines Kompensators dürfte hier zu einer erheblichen Steigerung der Qualität der Kerrbilder führen.



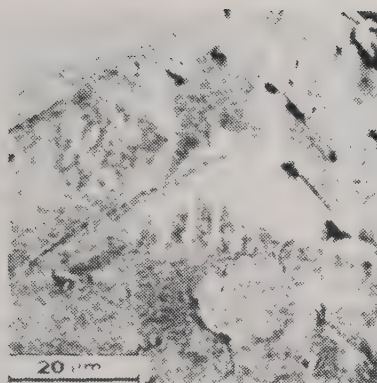
(a)

Der helle Bereich (Pfeil) ist ein nichtmagnetischer Cr - Spinell. Der umrandete Bereich ist der Ausschnitt in b).



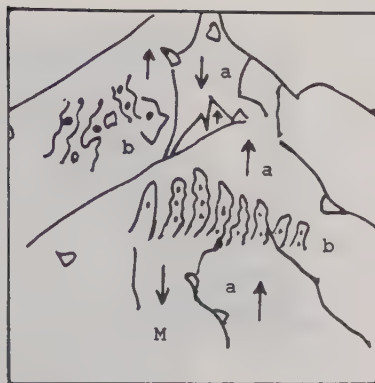
(b)

Abb. 55a, b: Erstes Kerrbild an einem natürlichen Titanomagnetit, Probe Nr. 215 (a: Referenzbild). Die Pfeile geben die Magnetisierungsrichtung an (Modell).



(a)

Abb. 56 a: Kontrastreicheres Kerr-
bild an einem natür-
lichen Titanomagnetit
(Probe Nr. 215).



(b)

b: Modell der Bereichsstruk-
tur. Die Pfeile geben die
Richtung von M wieder.
(a: Gebiete mit $M \parallel$ zur
Oberfläche. b: Gebiete mit
 $M \perp$ zur Oberfläche).

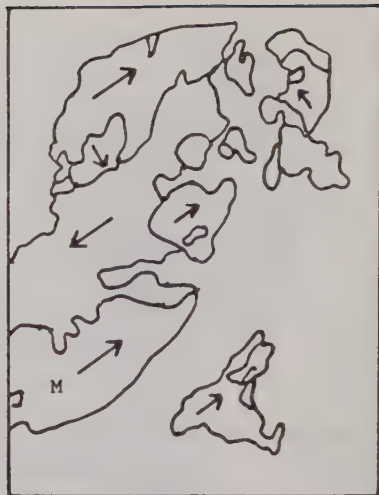
6.2.4 Erste Anwendung der Kerrtechnik an Hämatit

In der Gesteinsmagnetik sind bisher keine Untersuchungen der Bereichsstruktur des Hämatits bekannt geworden. Die Bittertechnik versagt an diesem Mineral wegen der niedrigen Sättigungsmagnetisierung. [In der physikalischen Literatur existieren mehrere Arbeiten, in denen die Bittertechnik dennoch erfolgreich am Hämatit angewendet werden konnte, so Gustard (1967) oder Gallon (1967). Der Grund des Erfolges ist mir unbekannt. Eigene Versuche verliefen bisher ergebnislos.] Aus dem gleichen Grund ist eigentlich auch mit dem Kerr - Effekt kein Erfolg zu erwarten (Abschn. 5.1). Dennoch wurden an einigen Proben eines Hämatits aus Elba Testversuche durchgeführt.

Wie Abb. 57 und 58 beweisen, werden die Domänen des Hämatits in ausgezeichneter Qualität sichtbar. Die Beobachtung gestaltete sich sogar einfacher als bei den wesentlich stärker magnetischen Ferriten (Magnetit). Völlig überraschend sind die Domänen bereits am Originalbild (ohne Differenzbild) erkennbar (Abb. 59).



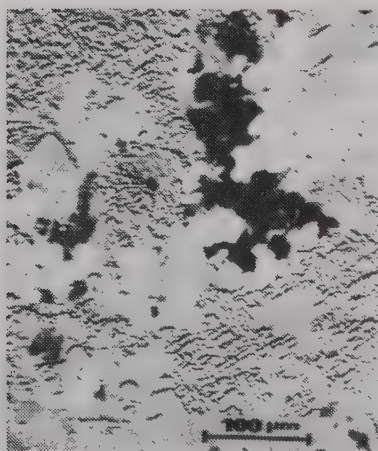
(a)  100 μm



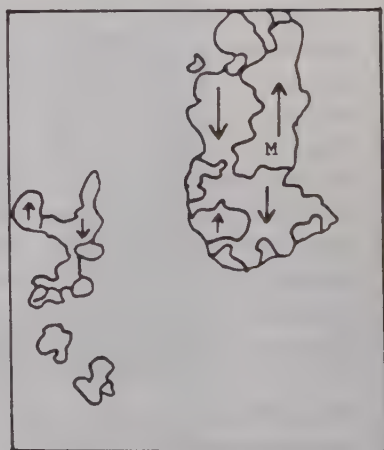
(b)

Abb. 57 a: Erstmalige Beobachtung der Domänen des Hämatits mit dem Kerr - Effekt.

b: Nachgezeichnete Domänen, die leichte Richtung der Magnetisierung liegt in der Bildebene (Modell).



(a)



(b)

Abb. 58 a: Domänen des Hämatits. b: Nachgezeichnete Bereichsstruktur (M $\parallel$ zur Oberfläche) (Modell).

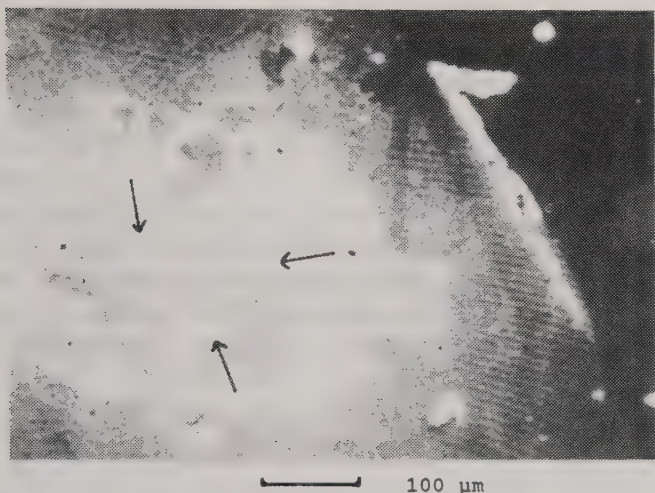


Abb. 59: Domänen des Hämatits ohne Differenzbildverfahren.
(schwache helle und dunkle Bereiche, siehe Pfeile).

Ein Vergleich mit der einzigen mir bekannten ähnlichen Untersuchung in der Literatur zeigt, dass es sich wirklich um die Domänen des Hämatits handelt. Williams et al. (1958) verwendeten hierbei den Faraday - Effekt (Abb. 60) und betrachteten die (111)-Ebene (Basalebene). Die leichte Richtung der Magnetisierung liegt in dieser Ebene, die Grauwertunterschiede in Abb. 60 entstehen durch eine Variation der Magnetisierungsrichtungen in der Ebene (durch Pfeile in Abb. 60b angedeutet).



(a)



(b)

Abb. 60a, b: Domänen des Hämatits mit dem Faraday - Effekt.
($M \parallel$ zu (111)). (nach Williams et al., 1958).

Es fällt der erhebliche Grössenunterschied der Domänen im Vergleich zu denen des Titanomagnetits auf. Die Domänen zeigen auch eine völlig andersartige äussere Form, sicher eine Folge der geringen Sättigungsmagnetisierung (geringe Streufeldenergie).

Es würde den Rahmen dieser Arbeit sprengen, an dieser Stelle die Problematik des Kerr - Effekts am Hämatit ausführlicher zu diskutieren. Es sollten lediglich einige neue Möglichkeiten demonstriert werden, welche der Gesteinsmagnetik zukünftig mit der Kerrtechnik zur Verfügung stehen.

7. Die Leistungsfähigkeit der Kerrtechnik

Im letzten Abschnitt dieser Arbeit wird die Leistungsfähigkeit der Kerrtechnik anhand einiger Beispiele demonstriert. Bereits im Stadium der Erprobung zeigt sich die Magnetooptik der Bittertechnik deutlich überlegen. Abgeschlossen werden diese Darstellungen mit einem Blick in die nähere und weitere Zukunft des magnetooptischen Kerr - Effekts an magnetischen Mineralen.

7.1 Erste Ergebnisse der Beobachtung mit dem longitudinalen Kerr - Effekt

(a) Der grösste Vorteil der Magnetooptik liegt in der Sichtbarmachung der Weiss'schen Bezirke selbst und nicht wie bei der Bittertechnik der Domänenwände, genauer gesagt der Streufelder über den Wänden. Die Anwendung der Bittertechnik scheitert, wenn diese zu schwach sind (Abschn. 2).

(b) Es finden sich noch Kerrkontraste an Stellen, an denen keine Bitterstreifen mehr sichtbar sind. Die Abbildungen 61 und 62 demonstrieren dies an einem natürlichen TM (Probe Nr. 215).



10 μ m

Abb. 61:
Die Bitterstreifen sind nur teilweise vorhanden. (linke Bildhälfte).

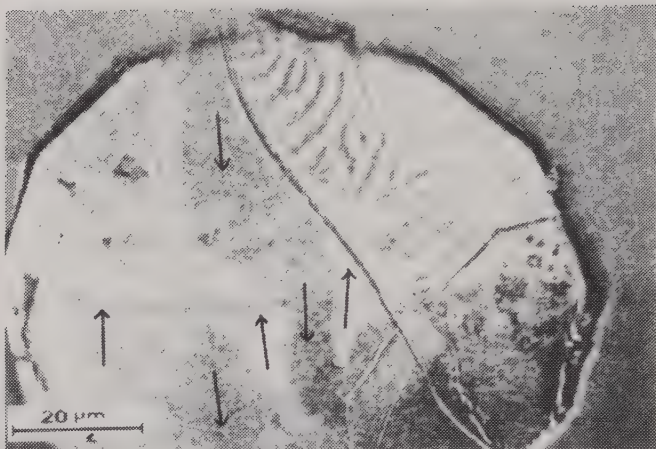


Abb. 62: Kerrkontraste an den gleichen Stellen wie in Abb. 61. (linke Bildhälfte). Die Pfeile geben die Richtung der Magnetisierung wieder (Modell).

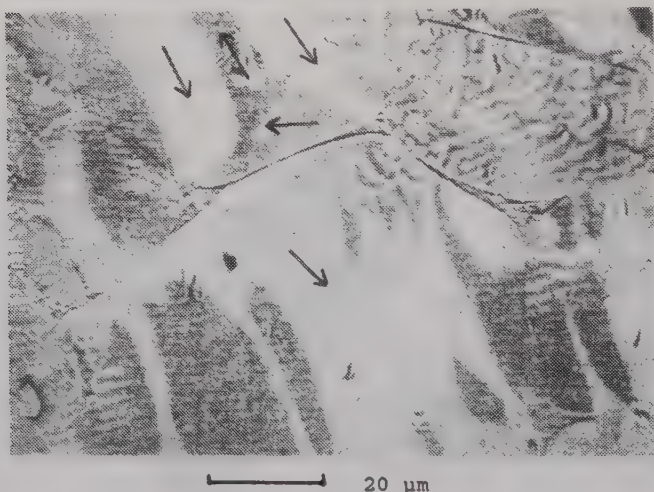


Abb. 63: Grauwertänderung innerhalb einer Domäne. Die Pfeile geben eine Möglichkeit der Änderung der Richtung der Magnetisierung wieder (siehe Text c) (AMTM 52).

Folgende weitere Eigenschaften der Kerrtechnik sind in positiver Weise hervorzuheben:

(c) Ein longitudinales Kerrbild kann bereits zu einer "halb-quantitativen" Auswertung der Magnetisierungsrichtung herangezogen werden. An Ti - reichen Titanomagnetiten konnten immer wieder Grauwertänderungen innerhalb der Weiss'schen Bezirke beobachtet werden. Dieser Effekt ist auf kontinuierliche Richtungsänderungen der leichten Richtung der Magnetisierung innerhalb der Domänen zurückzuführen. Die These der spannungsdominierten Anisotropie in Ti - reichen Titanomagnetiten findet hier seine Bestätigung. Abb. 63 zeigt eine derartige Struktur (obere Bildhälfte, Markierung). Es kann allerdings nicht in einfacher Weise auf die Art der Richtungsänderung der Magnetisierung geschlossen werden (entweder eine horizontale Variation, eine Drehung in der Oberfläche, oder bei Beteiligung einer polaren Komponente eine Drehung aus der Oberfläche). Das Modell in Abb. 63 zeigt nur eine Möglichkeit, eine Drehung in der Horizontalebene.

(d) Sehr bedeutend für die Gesteinsmagnetik ist die Sichtbarmachung der Bereichsstruktur des Hämatits mit dem Kerr - Effekt. (Abb. 64 und Abschn. 6.2.4). An zwei weiteren magnetischen Mineralen (und Trägern remanenter Magnetisierung), dem Pyrrhothit (Fe_7S_8) und Goethit ($\alpha\text{-FeOOH}$), wurde und wird der Kerr - Effekt getestet. Die ersten Ergebnisse sind sehr erfolgversprechend. Es ist davon auszugehen, dass zukünftig erstmals die magnetische Mikrostruktur aller für den Gesteinsmagnetismus wichtigen Minerale direkt beobachtet und interpretiert werden kann.

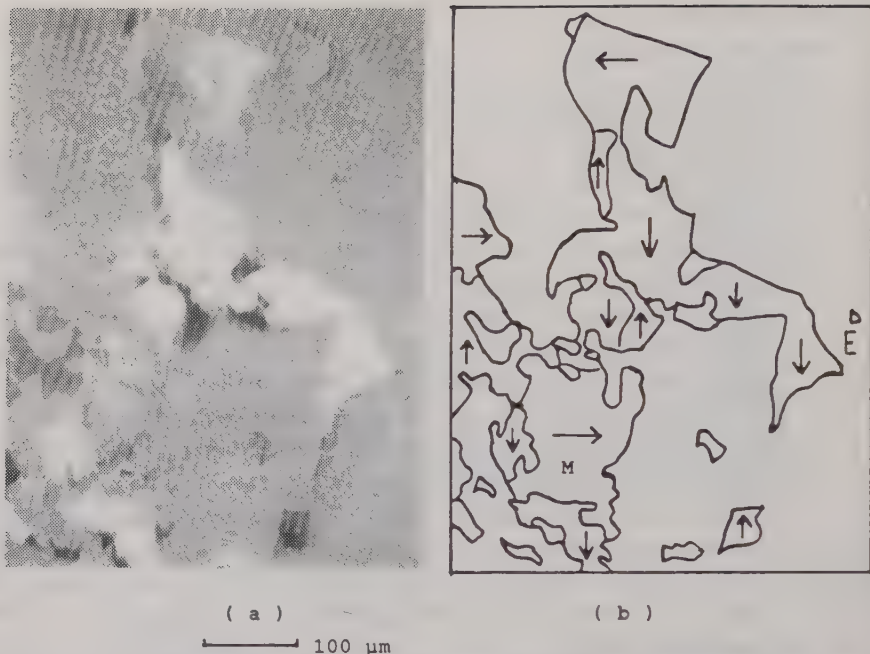


Abb. 64 a: Domänen des Hämatits. Auch ein Einbereichsteilchen ist zu erkennen (E). b: Nachgezeichnete Bereichsstruktur, die leichte Richtung der Magnetisierung liegt in der Oberfläche (Modell).

7.2 Blick in die Zukunft

Mit dem Einsatz der Magnetooptik zur Sichtbarmachung magnetischer Bereichsstrukturen an Mineralen wird ein völlig neues Kapitel in der Gesteinsmagnetik aufgeschlagen. Die Kerrtechnik bietet zukünftig eine ganze Palette neuer Untersuchungsmöglichkeiten. Es wurde bereits erwähnt, dass die Magnetooptik die direkte Beobachtung der Domänen ausser an Magnetit und Titanomagnetit auch an allen anderen magnetischen Mineralen ermöglicht. Insbesondere der Hämatit ist als Träger paläomagnetischer Information vorwiegend in Sedimentgesteinen von grosser Bedeutung. Bisher konnten am Hämatit die Parameter, welche den Schlüssel zum Verständnis so-

wohl des Erwerbs als auch der Stabilität einer remanenten Magnetisierung beinhalten, nur makroskopisch erhalten werden. Es ist jetzt möglich, die Übergänge SP - SD - PSD - MD direkt zu beobachten und mit Daten der makroskopischen Messungen zu vergleichen. Dasselbe gilt für den Goethit, dessen magnetische Mikrostruktur noch nie sichtbar gemacht werden konnte.

Die eigentliche Stärke der Magnetooptik liegt aber darin, schnelle dynamische Vorgänge reibungs- und verzögerungsfrei verfolgen zu können. Hierzu gehört das Verhalten in äusseren Magnetfeldern (Hysteresekurve) und unter äusseren Spannungen.

An Titanomagnetiten wurden bisher nur wenige Untersuchungen oberhalb Raumtemperatur bekannt, vor allem wegen der mangelnden Temperaturbeständigkeit der Ferrofluide. Bei der Kerrtechnik treten derartige Probleme nicht auf. Geeignete heizbare Proben-träger sind in der Literatur bekannt (Ungemach, 1977), auch für die Kerrapparatur des Instituts für WW VI ist ein heizbarer Proben-träger in Entwicklung (Hubert, mündliche Mitteilung). Somit könnten die Veränderungen der Bereichsstrukturen von Titanomagnetiten bis zur jeweiligen Curietemperatur verfolgt werden. Während des Abkühlens unter die Curietemperatur bzw. unter die Blockungstemperatur wären die Vorgänge beim Erwerb einer Thermoremanenz experimentell zugänglich und könnten direkt studiert werden.

Vielleicht bietet sich zukünftig auch die Möglichkeit, die Bereichsstrukturen Ti - reicher Titanomagnetite zumindest bei Raumtemperatur quantitativ auszuwerten, das heisst, die Horizontalrichtung der Magnetisierung an jedem Ort der Probenoberfläche exakt zu bestimmen. Nach Rave et al. (1987) ist dies durch die Kombination von longitudinalem und transversalem Kerreffekt möglich. Erste vollständige quantitative Auswertungen wurden von den Autoren an metallischen Gläsern mit Erfolg durchgeführt.

Zum Abschluss soll noch ein Blick in die fernere Zukunft gewagt werden. Hier wäre einmal die quantitative Auswertung dynamischer Vorgänge zu nennen (Hysteresen, Beobachtungen oberhalb Raumtem-

peratur). Ebenfalls zum gegenwärtigen Zeitpunkt noch unrealistisch ist der quantitative Kerr - Effekt mit allen drei Komponenten (longitudinal, transversal und polar). Der polare Kerr - Effekt als solcher ist an der Kerrapparatur in Erlangen durchführbar (Schmidt, 1986). Nur die Kombination aller drei Kerr - Effekte würde aber die Bereichsstruktur eines Ferrits vollständig beschreiben.

Insgesamt kann mit Sicherheit davon ausgegangen werden, dass die Möglichkeiten, welche mit der Kerrtechnik schon jetzt und zukünftig verbunden sind, den dafür notwendigen technischen Aufwand in jedem Fall rechtfertigen. Die Magnetooptik könnte in den nächsten Jahren wichtige Ergebnisse für das Verständnis des Remanenzverfalls sowie der Remanenzstabilität bringen. Diese Arbeit soll somit Grundstein für verstärkte Forschungstätigkeit auf diesem Teilgebiet des Gesteins - und Paläomagnetismus sein.

8. Zusammenfassung

In der vorliegenden Studie wird die technische Anwendbarkeit des magnetooptischen Kerr - Effektes an synthetischen und natürlichen Titanomagnetiten untersucht.

Alle bisherigen Untersuchungen der Domänen von Titanomagnetiten wurden mit der Bittertechnik durchgeführt. Die Tendenzen der vergangenen Jahre haben erkennen lassen, dass mit der Bittertechnik im Lichtmikroskop die Grenzen der Möglichkeiten erreicht worden sind. Aufgrund der spannungsdominierten Anisotropie speziell bei Ti - reichen Titanomagnetiten kann die Magnetisierungsrichtung innerhalb der Domänen nicht als homogen angesehen werden, vielmehr erwartet man komplizierte, lokale Variationen. Zu diesem Punkt kann die Bittertechnik keine Aussagen liefern. Sie beschränkt sich auf die Sichtbarmachung der Domänenwände.

Voraussetzung für die Anwendbarkeit des Kerr - Effektes ist eine absolut spannungsfreie, extrem glatte Oberfläche. Dies machte die Entwicklung einer völlig neuen Methode der Feinstpolitur notwendig. Mit der bisher benutzten Ionenpolitur kann die erforderliche Oberflächengüte nicht erzielt werden. Es wird gezeigt, dass eine Feinstpolitur mit einer Suspension von amorphem SiO_2 (OP - S / Syton) die Lösung des Problems ermöglicht. Mit verschiedenen Methoden wurde die Qualität der Oberfläche charakterisiert (Auflichtmikroskop, Rauigkeitmessungen, TEM, Laue - Aufnahmen, Magnetooptik). Die OP - S / Syton Feinstpolitur ermöglicht nicht nur den Kerr - Effekt, sie vereinfacht und verbessert auch zusätzlich die Bittertechnik.

Die Sichtbarmachung der Kerrkontraste schwach magnetischer Materialien gelingt nur mit einem speziell dafür konzipierten digitalen Bildverarbeitungssystem. Das Differenzbildverfahren ermöglicht es, ein Referenzbild der Probenoberfläche, zum Beispiel im vollständig gesättigten Zustand der Probe, vom Kerrbild der Domänen zu subtrahieren. Auf diese Weise können Unzulänglichkeiten

der Oberfläche sowie von einer inhomogenen Beleuchtung herrührende Effekte eliminiert werden. Sowohl Referenzbild und Originalbild als auch Differenzbild sind einem speziellen Mittelungszyklus unterworfen, um elektronisches Rauschen zu entfernen. Die Domänen können auf diese Weise kontrastreich und scharf sichtbar gemacht werden.

Es wurden synthetische, polykristalline, sowie zwei natürliche Titanomagnetite in basaltischer Matrix verwendet. Dazu kamen noch ein natürlicher Magnetit Einkristall und als Ergänzung ein Hämatit.

Bei der Anwendung des Kerr - Effektes an Titanomagnetiten zeigte sich, dass die speziellen Eigenschaften der Ferrite eine Reihe materialspezifischer Probleme mit sich brachten. Die Kerramplitude ist in erster Näherung linear von der Sättigungsmagnetisierung abhängig. Diese ist bei Titanomagnetiten sehr niedrig, was für die schwachen Kerrkontraste verantwortlich zeichnet. In grossem Masse bereitet auch der hohe Grad der Elliptizität des reflektierten Lichtes Schwierigkeiten. Dennoch gelang es, an synthetischen und natürlichen Titanomagnetiten mit dem longitudinalen Kerr - Effekt kontrastreiche Bilder der Weiss'schen Bezirke zu beobachten. Auch an einem Hämatit konnte erstmals die Kerrtechnik erfolgreich angewendet werden.

Die Einsatz der Magnetooptik stellt für die Gesteinsmagnetik ein Novum dar. Es ist ein völlig neuer Aspekt, dass die Weiss'schen Bezirke der Titanomagnetite sowie zukünftig auch aller anderen, magnetischen Minerale experimentell direkt zugänglich sind.

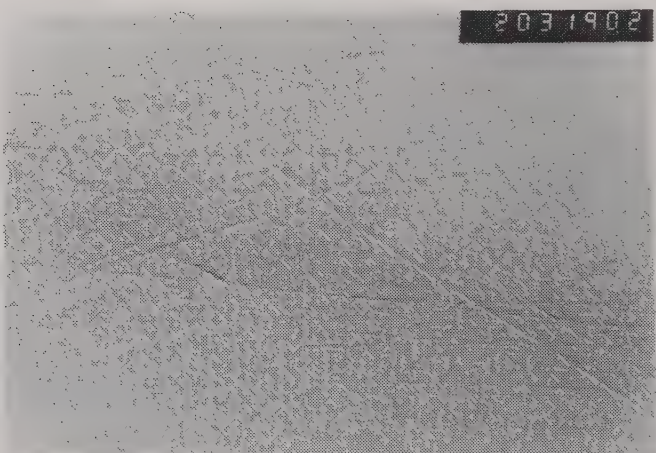
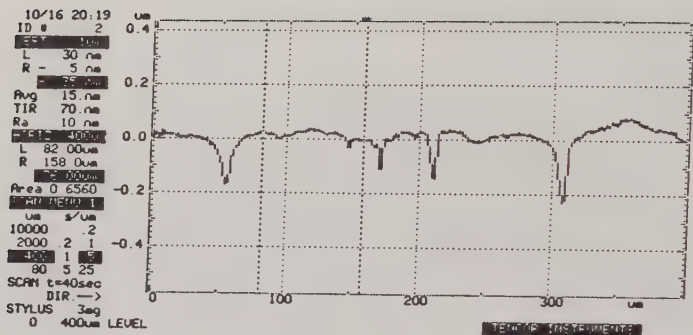
Symbole und Einheiten

In dieser Arbeit wird ausschliesslich das MKSA (Meter - Kilo-
gramm - Sekunde - Ampere) oder SI (Systeme Internationale)
Masssystem verwendet.

Symbol	Bezeichnung	Einheiten
x	Titan - Gehalt	--
T_C	Curie - Temperatur	°C, K
a_0	Gitterkonstante	Å
σ_s	Spezifische Sättigungsmagnetisierung	A m ² /kg
E_σ	Spannungsanisotropieenergie	J / m ³
E_k	Kristallanisotropieenergie	J / m ³
K_1, K_2	Kristallanisotropiekonstanten	J / m ³
λ_s, λ_{111}	Magnetostriktionskonstanten	dim. los
λ_{100}		
σ_i	Spannungen	Pa
T_N	Neel - Temperatur	°C, K
T_M	Morin - Transition	°C, K
T	Temperatur	°C, K
I_s	Sättigungsmagnetisierung	A / m
k	Boltzmann - Konstante	J / K
δ	Wanddicke	Å
M	Magnetisierungsvektor	A / m
m_p, m_l	polare, longitudinale und transversale	--
m_t	Anteile von M	
ϑ	Einfallswinkel	Grad
N	Normalamplitude	--
$K_{p,l,t}$	Kerramplitude (pol., long., trans.)	--
F_{Lor}	Lorentz - Kraft	N
θ_k	Kerrdrehung	Grad
ϵ_k	Kerrelliptizität	Grad
ν	Frequenz	Hz
Ψ	Polarisatorstellung	Grad
α	Analysatorstellung	Grad

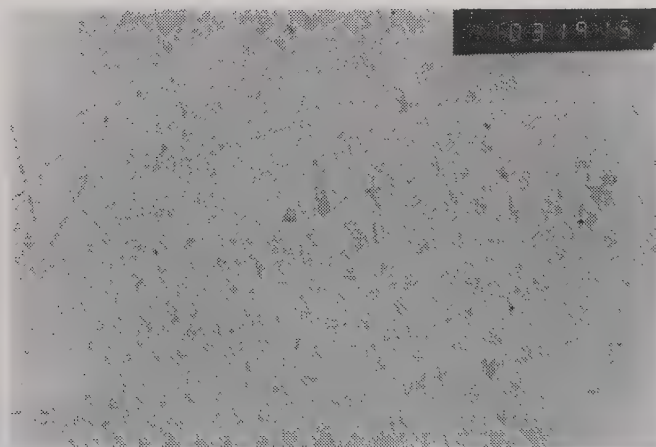
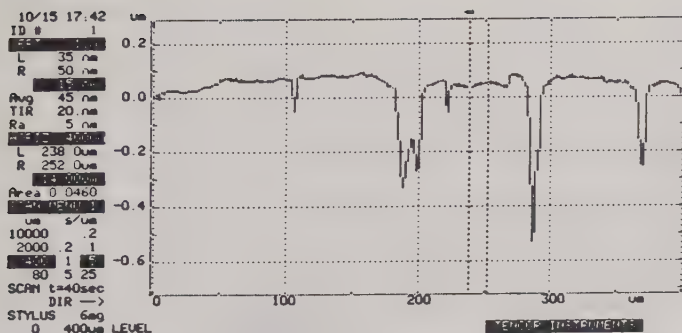
φ, η	Richtungswinkel des Magnetisierungs- vektors	Grad
$\tilde{n}_0$	Komplexer Brechungsindex	dim. los
Q	Komplexe Materialkonstante (Magnetooptischer Parameter)	dim. los
ϑ_L, ϑ_0	Einfallswinkel in Luft bzw. in Metall	Grad
T, T'	Amplitudendurchlasskoeffizienten	dim. los
n_A	Numerische Apertur des Objektivs	dim. los
λ	Wellenlänge	nm

Anhang



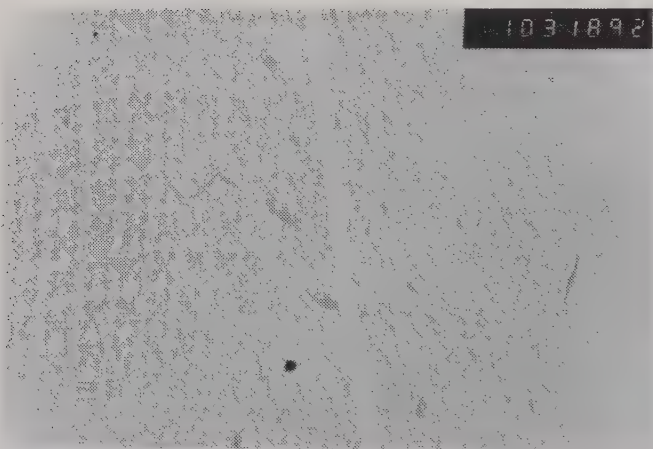
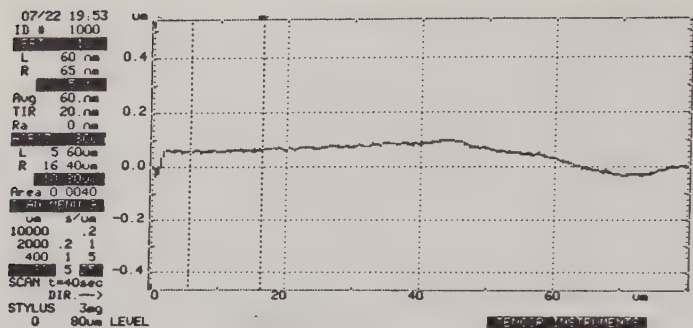
500 nm

Abb. 1a, b: (a) Rauigkeitsprofil und (b) TEM - Aufnahme eines mechanisch polierten TM 70 (Diamantpaste B).



750 nm

Abb. 2a, b: (a) Rauigkeitsprofil und (b) TEM - Aufnahme eines ionenpolierten TM 70.



750 nm

Abb. 3a, b: (a) Rauheitsprofil und (b) TEM - Aufnahme eines Syton feinstpolierten TM 70.

Literaturverzeichnis

- Akimoto, S. T., Katsawa T., Yoshida M.: Magnetic properties of TiFe_2O_4 - Fe_3O_4 system and their change with oxidation. J. Geomag. Geoelec., 9, 165 - 178, 1957.
- Appel, E., Moll A.: Synthese von reinen Aluminium - und Magnesium dotierten Titanomagnetiten und Messungen charakteristischer Eigenschaften an diesem Material. Dipl. Arbeit Teil I, Inst. f. Geophys. Univ. München, 1980.
- Appel, E.: Untersuchungen der Bereichsstruktur von synthetischen, reinen und Aluminium sowie Magnesium enthaltenden Titanomagnetiten. Dipl. Arbeit Teil II, Inst. f. Geophys. Univ. München, 1980.
- Appel, E.: Anormale Ausbildung der Bereichsstruktur von Titanomagnetiten. Diss. Fak. f. Geowiss. Univ. München, 1983.
- Appel, E., Soffel H. C.: Model for the domain state of Ti-rich titanomagnetites. Geophys. Res. Lett., 3, 189 - 192, 1984.
- Aumüller, C.: Domänenbeobachtung an titanreichen Titanomagnetiten mit Hilfe der Eintrocknungstechnik am Raster - Elektronenmikroskop. Dipl. Arbeit, Inst. f. Geophysik Univ. München, 1988.
- Beilby, G.: Aggregation and Flow of Solids. Macmillan, London, 1921.
- Bergmann, W. H.: Über die Bildung von Bitterstreifen. Z. Angew. Physik, 8, 559 - 561, 1956.
- Berry, L. G., Thompson R. M.: X - ray powder data for ore minerals. The peacock atlas. Geol. Soc. Amer., 1962.

- Bleil, U.: Synthese von Mischkristallen der Titanomagnetitreihe und Untersuchungen ihrer für Probleme des Gesteinsmagnetismus und Paläomagnetismus wichtigen Kenngrößen. Diss. Fak. f. Geowiss. Univ. München, 1973.
- Chapman, J. N.: The investigation of magnetic domain structures in thin foils by electron microscopy. J. Phys. D, 17, 623 - 647, 1984.
- Chikazumi, S., Suzuki K.: On the maze-patterns of silicon - iron crystals. J. Phys. Soc. Jpn., 10, 523 - 534, 1955.
- Dunlop, D. J.: Magnetic properties of fine - particle Hematite. Ann. Geophys., 27, 269 - 293, 1971.
- Erasmus, S. J.: Reduction of noise in TV Rate Electron Microscope Images by digital filtering. J. Microsc., 127, 29 - 37, 1982.
- Fa. Struers, Stuttgart. Struers Metallographische Neuheiten Structure 7, 1983.
- Fa. Monsanto, Düsseldorf. Technischer Bericht Nr. 53 - 3 (G) ME - 5, 1983.
- Fa. Brentag, Mülheim / Ruhr. Informationsschrift Nr.42.20. Kieselsäuredispersionen.
- Freiser, M. J.: A survey of magneto optic effects. IEEE Trans. Magn. Mag., 4, 152 - 161, 1968.
- Gallon, T. E.: The ferromagnetic domain structure of haematite. Proc. Roy. Soc., A 303, 525 - 529, 1968.

- Gendler, T. S., Kropacek V.: The changes of structures, phase composition and magnetic properties with oxidation of Titanomagnetites. *Stud. Geoph. et Geod.*, 23, 42 - 54, 1979.
- Gustard, B.: The ferromagnetic domain structure in haematite. *Proc. Roy. Soc., A* 297, 269 - 274, 1967.
- Halgedahl, S. L.: Domain pattern observation in rock magnetism, progress and problems. *Phys. Earth Planet. Int.*, 46, 127 - 163, 1987a.
- Halgedahl, S. L., Moskowitz B. M., Lawson C. A.: Thermal dependence of domain structure in Ti - rich Titanomagnetites from both wet and dried Bitter patterns. Abstract GA 1.10.12, IAGA, 1987b.
- Heider, F., Halgedahl S., Dunlop D. J.: Temperature dependence of magnetic domains in magnetite crystals. *Geophys. Res. Lett.* (1988) im Druck.
- Hoffmann, V., Appel E., Soffel H. C.: New developments in domain structure observation. Abstract GA 1.10.9, IAGA, 1987a.
- Hoffmann, V., Schäfer R., Appel E., Hubert A., Soffel H. C: First domain observations with the magneto-optical Kerr - effect on Ti - ferrites in rocks and their synthetic equivalents. *J. Mag. Mag. Mat.*, 71, 90 - 94, 1987b.
- Hoffmann, V., Appel E., Soffel H. C.: Magneto-optischer Kerr - Effekt an synthetischen und natürlichen Titanomagnetiten. Abstract C 38, DGG 1988.
- Hubert, A.: Mdl. Mitteilung.
- Hubert, A.: Magnetische Werkstoffe. Skriptum zur Vorlesung im WS 1984 / 85, Inst f. WW VI, Univ. Erlangen.

- Hubert, A.: Magnetic domains. Springer Verlag, 1988 (Im Druck).
- Kittel, C.: Einführung in die Festkörperphysik. 2. Aufl. Oldenburg Verlag, München, Wien, 1969.
- Kneller, E.: Ferromagnetismus. Springer, Berlin, 1962.
- Koike, K., Hayakawa K.: Observation of magnetic domains with spin - polarized secondary electrons. Appl. Phys. Lett., 45, 585 - 586, 1984.
- Kranz, J., Drechsel W.: Über die Beobachtung von Weisschen Bereichen in polykristallinem Material durch die vergrößerte magnetooptische Kerrdrehung. Z. Phys., 150, 632-639, 1958.
- Kranz, J., Hubert A.: Die Möglichkeiten der Kerr - Technik zur Beobachtung magnetischen Bereiche. Z. Angew. Phys., 15, 220 - 232, 1963.
- Kropacek, V., Kapicka A.: Changes of stability of remanent magnetisation with the concentration of vacancies in Titanomagnetites. Stud. Geoph. et Geod., 23, 168 - 173, 1979.
- v. Laue, M.: Die Spiegelung und Brechung des Lichtes an der Grenze zweier isotroper Körper. In: Handbuch der Experimentalphysik, Bd. 18, 125 - 207, 1928.
- Lawson, C. A., Moskowitz B. M., Halgedahl S.: High resolution scanning electron microscope imaging of magnetic domain structures in Titanomagnetites. EOS, 67, 926, 1986.
- Martens, J. W. D., Peeters W. L., Nederpel P. Q. J.: A non - destructive analysis of the influence of sputter etching on the magnetic surface properties of manganese zinc ferrite. Surface Sci., 135, 334 - 340, 1983.

- Martens, J. W. D., Erman M., van Noort H. M.: A non destructive analysis of the influence of sputter - etching on the magnetic surface properties of manganese zinc ferrite (100) - surfaces using ellipsometry and the polar magnetooptical Kerr - Effect. J. Mag. Mag. Mat., 42, 279 - 285, 1984.
- McIntosh, R. B., Paquin R. A.: Chemical-mechanical polishing of low scatter optical surfaces. Appl. Optics, 19, 2329 - 2331, 1980.
- Metcalf, M., Fuller M.: Domain observation of Titanomagnetites during hysteresis at elevated temperatures and thermal cycling. Phys. Earth Plan. Int., 46, 120 - 126, 1987.
- Metselaar, R.: Electromagnetic properties of ferrites. In: Salam A.: Interaction of radiation with condensed matter. Lectures pres. Int. Coll. Trieste (1976) Vol. II, 159 - 221. Vienna, Int. Atom. Ener. 1977.
- Moskowitz, B. M., Lenk E., Lawson C. A., Halgedahl S. L.: Decorated domains. EOS, 68, 1, 1987.
- Palik, E. D., Henvis B. W.: A bibliography of magnetooptics in solids. Appl. Optics, 6, 603 - 630, 1967.
- Patentschrift US 3.046.234 (1962), Fa. Monsanto: Stable Silica Sols Containing Certain Dialdehydes.
- Patentschrift US 3.170.273 (1965), Fa. Monsanto: Process for polishing semiconductor materials.
- Patentschrift UK 1.096.894 (1967), Fa. Monsanto: Process for polishing materials.
- Petersen, N.: Gesteinsmagnetismus. Manuskript, Inst. f. Geophys., Univ. München, 1982. Nicht veröffentlicht.

Petersen, N.: Mdl. Mitteilung

Pierce, D. T.: Experimental studies of surface magnetism with polarized electrons. Surface Sci., 189/190, 710 - 723, 1987.

Rave, W.: Untersuchung zur quantitativen Auswertung magnetooptischer Domänenbilder. Dipl. Arbeit Inst. f. WW VI, Univ. Erlangen, 1985.

Rave, W., Schäfer R., Hubert A.: Quantitative observation of magnetic domains with the magnetooptical Kerr - Effect. J. Mag. Mat., 65, 7 - 14, 1987.

Reimer, L., Pfefferkorn G.: Raster-Elektronenmikroskopie. Springer Verlag, Berlin, 1973.

Schimmel, G.: Elektronenmikroskopische Methodik. Springer Verlag, Berlin, Heidelberg, New York, 1969.

Schmidt, F. G.: Untersuchung magnetischer Strukturen im Kerr - Mikroskop mit Hilfe eines digitalen Bildverarbeitungssystems. Diss. Techn. Fak. Univ. Erlangen - Nürnberg, 1986.

Schütz, W.: Magneto-optik. In: Handbuch der Experimentalphysik, Bd. 16, 1. Teil, 319 - 368, 1936.

Smith, G. M.: Preparation of Fe-Ti oxide single crystals. EOS, 67 928, 1986.

Smith, G. M.: Physical properties of flux grown cubic Fe-Ti oxides. Abstract GA 1.10.13, IAGA 1987.

Smith, P. P. K.: The application of Lorentz - electron microscopy to the study of rock magnetism. Inst. Phys. Conf. no.52 125 - 128, 1980.

- Soffel, H. C.: Untersuchungen an einigen ferrimagnetischen Oxyd - und Sulfidmineralien mit der Methode der Bitterschen Streifen. Z. Geophys., 29, 21 - 34, 1963.
- Soffel, H. C.: Die Sichtbarmachung von Grenzen Weiss - scher Bezirke von polykristallinem Magnetit mit der Methode der Bitterschen Streifen. Z. Geophys., 30, 45 - 47, 1964.
- Soffel, H. C.: Die Bereichsstrukturen der Titanomagnetite in zwei tertiären Basalten und die Beziehung zu makroskopisch gemessenen Eigenschaften dieser Gesteine. Hab. Nat. Fak. Univ. München, 1968a.
- Soffel, H. C.: Die Beobachtung von Weiss - schen Bezirken auf einem Titanomagnetitkorn mit einem Durchmesser von 10 μm in einem Basalt. Z. Geophys., 34, 175 - 181, 1968b.
- Soffel, H. C.: Pseudo-Single-Domain effects and Single-Domain Multidomain transition in natural Pyrrhothit deduced from domain structure observations. J. Geophys., 42, 351 - 359, 1977a.
- Soffel, H. C.: Domain structure of Titanomagnetites and its variation with temperature. J. Geomag. Geoelec., 29, 277 - 284, 1977b.
- Soffel, H. C.: Domain structure of natural fine grained Pyrrhothite in a rock matrix (diabase). Phys. Earth Plan. Int., 26, 98 - 106, 1981.
- Suits, J. C.: Faraday and Kerr - effect in magnetic compounds. IEEE Trans. Magn. Mag., 8, 95 - 105, 1972.
- Syono, Y.: Magnetocrystalline anisotropy and magnetostriction of Fe_3O_4 - Fe_2TiO_4 series with special application to rock magnetism. Jap. J. Geophys., 4, 71 - 143, 1965.

Tonomura, A.: Observation of magnetic domain structure in thin ferromagnetic films by electron holography. J. Mag. Mat., 31 - 34, 963 - 969, 1983.

Ungemach, V.: Temperatur und Feldabhängigkeit der Bereichsstruktur stabförmiger (110) - Einkristalle aus FeSi und CoPd ; Messungen und Rechnungen. Diss. Naturwiss. Fak. Univ. Braunschweig, 1977.

Vali H.: Mdl. Mitteilung.

Waschull, H.: Präperative Metallographie. VEB Deutscher Verlag f. Grundstoffindustrie. Leipzig, 1984.

Wettling, W.: Magneto-optics of ferrites. J. Mag. Mat., 3, 147 - 160, 1976.

Williams, H. J., Sherwood R. C., Remeika J. P.: Magnetic domains in α - Fe_2O_3 . J. Appl. Phys., 29, 1772 - 1773, 1958.

Wolf D.: Mdl. Mitteilung.

Zimmermann, R., Günther K.: Metallurgie und Werkstofftechnik Bd. 1,2. VEB Deutscher Verlag f. Grundstoffindustrie, Leipzig, 1975.

Danksagung

Die vorliegende Arbeit wurde am Institut für Allgemeine und Angewandte Geophysik der Ludwig - Maximilians - Universität München angefertigt.

Meinem Lehrer, Herrn Prof. Dr. H. C. Soffel, gilt mein erster und besonders herzlicher Dank. Er hat diese Arbeit angeregt und betreut. Ich bedanke mich auch für die kritische Durchsicht einer ersten Version dieser Arbeit.

Ein besonderes Dankeschön gilt auch Herrn Dr. Appel. Er hat in zahlreichen Gesprächen und mit vielerlei Hinweisen zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen.

Bei Herrn Prof. Dr. A. Hubert bedanke ich mich herzlich für viele fruchtbare Diskussionen und für die Möglichkeit, am Institut für WW VI der Universität Erlangen die Untersuchungen mit der Kerr-technik an der dortigen Apparatur durchführen zu können. Die Mitglieder seiner Arbeitsgruppe, insbesondere Herr Dipl. Ing. R. Schäfer, waren stets mit Rat und Tat hilfreich zur Stelle.

Bei Herrn Dr. H. Vali bedanke ich mich für die Unterstützung bei der Durchführung der TEM - Analyse.

Herr Dipl. Geophys. N. Schembera ermöglichte mir die Rauigkeitsmessungen. Dafür bedanke ich mich.

Die Laue - Aufnahmen konnten am Institut für Kristallographie und Mineralogie der hiesigen Universität angefertigt werden. Dafür bedanke ich mich bei Herrn Prof. Dr. D. Wolf.

Bei Herrn Priv. Doz. Dr. Schmidbauer bedanke ich mich für die kritische Durchsicht des Manuskripts meiner Arbeit.

Herr Hornung erledigte zuverlässig alle anfallenden Fotoarbeiten. Dafür danke ich ihm.

Und nicht zuletzt bedanke ich mich bei allen nicht namentlich genannten Mitgliedern der Arbeitsgruppe Gesteins- und Paläomagnetik für ihre stetige Hilfs- und Diskussionsbereitschaft.

Die Deutsche Forschungsgemeinschaft hat die Anfertigung dieser Arbeit durch die zeitweilige Bereitstellung finanzieller Mittel ermöglicht.

Lebenslauf

- 09.06.1959 : Geburt als einziges Kind des Maurermeisters Ernst Hoffmann und seiner Frau Irmgard, geb. Selmair
- 1965 - 1969 : Besuch der Grundschule Wolfratshausen
- 1969 - 1978 : Besuch des neusprachlich - humanistischen Gymnasiums Icking
- 29.06.1978 : Abschluss mit Bestehen der Abiturprüfung
- Sept. 1978 - : Grundwehrdienst bei den Panzeraufklärern in Roding und Ingolstadt
- ab WS 1979 : Studium der Geophysik an der Ludwig - Maximilians Universität in München
- 23.12.1982 : Bestehen der Diplomvorprüfung Geophysik
- 17.10.1985 : Bestehen der Diplomhauptprüfung Geophysik
- ab 15.11.1985: Wissenschaftlicher Mitarbeiter bei Prof. Dr. Soffel im Rahmen eines Privatarbeitsvertrages
- ab Nov. 1985 : Aufnahme des Promotionsstudiums an der Geowissenschaftlichen Fakultät der Ludwig - Maximilians Universität München und Arbeit an der vorliegenden Dissertation

